

PN - DE19909228 A1 20000907
 PD - 2000-09-07
 PR - DE19991009228 19990303
 OPD - 1999-03-03
 TI - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller
 AB - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller so that the vaporizing parameters control the course of the vaporizing process. An Independent claim is also included for a device for carrying out the boiling down process comprising a control device to which the measured results from a sensor (10a) are fed to control the course of vaporization.
 Preferred Features: The vaporizing vessel is inserted into a tempering bath (2), the vessel and bath being heated by an infra-red radiation device. The sensor is an optical sensor.
 IN - BEHRE FRANK [DE]; BAUMANN MICHAEL [DE]
 PA - LC TECH GMBH [DE]
 ICO - S01N1/40B
 EC - G01F23/24B; G01F23/292B; G01F23/72; G01G17/04; G01N1/40
 IC - B01D1/00; B01D3/42
 CT - DE3522607 A1 []; DE3511981 A1 [];
 DE3141817 A1 []

TI - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller
 PR - DE19991009228 19990303
 PN - DE19909228 A1 20000907 DW200054 B01D1/00 024pp
 PA - (LCTE-N) LC TECH GMBH
 IC - B01D1/00 ;B01D3/42
 IN - BAUMANN M; BEHRE F
 AB - DE19909228 NOVELTY - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller so that the vaporizing parameters control the course of the vaporizing process.
 - DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for a device for carrying out the boiling down process comprising a control device to which the measured results from a sensor (10a) are fed to control the course of vaporization. Preferred Features: The vaporizing vessel is inserted into a tempering bath (2), the vessel and bath being heated by an infra-red radiation device. The sensor is an optical sensor.
 - USE - For boiling liquid samples down to a residual volume.
 - ADVANTAGE - The course of the vaporizing can be easily controlled.
 - DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing shows a schematic view of the vaporizing vessel.
 - tempering bath 2
 - sensor 10a
 - (Dwg.4/37)
 OPD - 1999-03-03
 AN - 2000-573270 [54]



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 199 09 228 A 1

⑯ Int. Cl. 7:
B 01 D 1/00
B 01 D 3/42

DE 199 09 228 A 1

⑯ Aktenzeichen: 199 09 228.1
⑯ Anmeldetag: 3. 3. 1999
⑯ Offenlegungstag: 7. 9. 2000

⑯ Anmelder:

LC Tech GmbH, 84405 Dorfen, DE

⑯ Vertreter:

Seidel, H., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 84494 Lohkirchen

⑯ Erfinder:

Behre, Frank, 85354 Freising, DE; Baumann,
Michael, 84405 Dorfen, DE

⑯ Entgegenhaltungen:

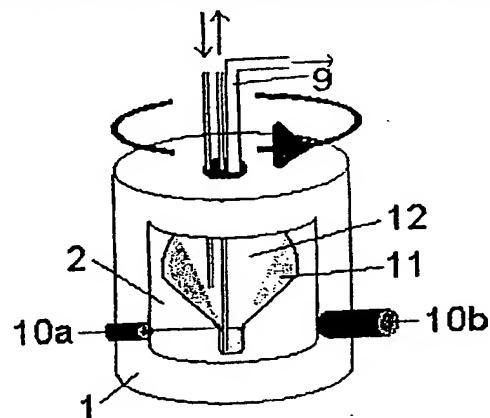
DE	35 22 607 A1
DE	35 11 981 A1
DE	31 41 817 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Verfahren und Vorrichtung zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmmbares Restvolumen

⑯ Ein Verfahren zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmmbares Restvolumen, bei dem die Lage des Flüssigkeitsspiegels in einem Verdampfungsgefäß mit einem oder mehreren Sensoren erfasst wird und deren Messergebnisse so an eine Regeleinrichtung weitergeleitet werden, dass nach Maßgabe des jeweiligen Flüssigkeitsspiegels die Verdampfungsparameter in gegenseitiger Abhängigkeit den Ablauf des Verdampfungsvorganges steuern.



Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmbarer Restvolumen, bei dem mit mindestens einem Sensor die Lage des Flüssigkeitsspiegels in einem Verdampfungsgefäß erfaßt wird und ferner Vorrichtungen zur Durchführung dieses Verfahrens.

In der Technik sind bereits Rotationsverdampfer bekannt, die zur Bestimmung des Restvolumens eins von zwei ineinander gelösten Stoffen eingesetzt werden. Die Lösung befindet sich dabei in einem Kolben, der in einem Heizbad rotiert. Während einer Aufheizphase verdampft das eine Lösungsmittel und wird über eine nachgeschaltete Kühlalalle wieder gewonnen. Die im Verdampfergefäß verbliebene Restmenge des gelösten Stoffes wird durch visuelle Beobachtung bestimmt.

Dieses Verfahren ist jedoch nicht nur zittraubend und umständlich, sondern erfordert wegen der auf visuellen Beobachtungen beruhenden Entscheidung große Erfahrung. Dennoch bleiben die Ergebnisse relativ ungenau.

Ferner ist es bereits bekannt, einen erwärmten Stickstoffstrom durch die in einem Kolben befindliche Lösung zu schicken. Durch optische oder akustische Signale wird das Erreichen des gewünschten Restvolumens der Lösung angezeigt.

Auch bei diesem Verfahren ist große Erfahrung erforderlich, um die richtige Temperatur individuell zu wählen und die Geschwindigkeit des jeweiligen Verdampfungsvorganges einzustellen.

Der Erfinder hat sich die Aufgabe gestellt, ein Verfahren anzugeben, mit dem eine objektive Erkennung des Verlaufs des Verdampfungsvorganges und dessen Steuerung möglich ist und ferner die für die Durchführung des Verfahrens geeigneten Vorrichtungen zu entwickeln.

Dies wird nach der Erfindung dadurch erreicht, dass das oder die Messergebnisse des oder der Sensoren so an eine Regeleinrichtung weitergeleitet werden, dass nach Massgabe des jeweiligen Flüssigkeitsspiegels die Verdampfungsparameter in gegenseitiger Abhängigkeit den Ablauf des Verdampfungsvorganges steuern.

Da während des gesamten Verdampfungsverlaufs durch den oder die Sensoren der jeweilige Flüssigkeitsspiegel im Verdampfungsgefäß überwacht wird und der Regeleinrichtung durch Signale übermittelt wird und die Verdampfungsparameter, wie Druck, Temperatur etc. in gegenseitiger Abhängigkeit den Verdampfungsvorgang steuern, ist es möglich, dass der Verdampfungsvorgang objektiv optimal verläuft.

In den Unteransprüchen sind als Beispiele einige Meßtechniken angegeben, bei denen Sensoren vorzugsweise zur Bestimmung der jeweiligen Lage des Flüssigkeitsspiegels während des Verdampfungsvorganges und zur Steuerung der Regeleinrichtung eingesetzt werden.

Für eine vorzugsweise Durchführung des Verfahrens zur Einengung der Probenmaterialien und zur Bestimmung des Restvolumens des einen Bestandteiles wird die zu verdampfende Flüssigkeitsprobe in das Verdampfungsgefäß gefüllt und in ein Heizbad eingesetzt. Die Flüssigkeitsprobe kann dabei auf einmal oder auch kontinuierlich dem Verdampfungsgefäß zugeführt werden. Die Temperatur des Heizbades wird entsprechend den Signalen der Regeleinrichtung eingestellt, während das Verdampfungsgefäß um seine Längsmittelachse mit entsprechend steuerbarer Umdrehungsgeschwindigkeit so lange rotiert wird, bis das erreichten des gewählten Restvolumens durch eine Anzeigevorrichtung angezeigt wird.

Vorzugsweise wird der Verdampfungskolben mit einer Vakuumvorrichtung verbunden, um die Möglichkeit zu ha-

ben, das verdampfende Lösungsmittel abzusaugen und durch Änderung des Druckes im Verdampfungskolben den Siedepunkt des Lösungsmittels zu verändern. Abhängig davon wird auch die erforderliche Temperatur des Heizbades bestimmt und entsprechend verändert.

Diese Änderungen der Parameter, beispielsweise Druck, Temperatur und Rotationsgeschwindigkeit, erfolgen stets durch Signale, die von der Regelvorrichtung ausgesandt werden, die ihrerseits von den durch die Sensoren erzeugten Meßdaten gesteuert wird.

Diese sich selbst steuernde Restvolumenbestimmung ist objektiv, sie führt bei beliebiger Wiederholung zu reproduzierbaren Ergebnissen und der Verdampfungsvorgang läuft entsprechend den jeweiligen Versuchsvorgaben optimiert ab.

Bevorzugte Ausbildungen der für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeigneten und bevorzugten Vorrichtungen zur Bestimmung des Restvolumens ergeben sich aus den Unteransprüchen sowie aus der Beschreibung einer Anzahl von Versuchsanordnungen anhand der Zeichnung.

Hierin zeigen

Fig. 1 bis 6 in schematischer Darstellung die Verfahrensschritte bei der Restmengenbestimmung unter Anwendung einer Lichtschranke als Sensor für die erforderlichen Versuchsparameter wie Druck, Temperatur und Rotationsgeschwindigkeit,

Fig. 6a ein Blockdiagramm für die Steuerung des Verdampfungsvorganges,

Fig. 7 eine schematische Darstellung einer Zusatzvorrichtung für das Auffüllen auf ein definiertes Flüssigkeitsvolumen unter Verwendung einer weiteren Licht-Lichtschranke als Anzeige- und Regeleinrichtung,

Fig. 8 bis 12 eine Abwandlung der Meßvorrichtung nach Fig. 1 bis 6 durch Verwendung einer Mehrzahl von Lichtschranken,

Fig. 11a ein Blockdiagramm für die Steuerung durch eine Mehrzahl von Lichtschranken,

Fig. 12 bis 16 eine Meßtechnik unter Verwendung eines Widerstandes als Sensor für die Steuerung des Verdampfungsvorganges,

Fig. 16a ein Blockdiagramm für die Steuerung mittels eines Widerstandssensors,

Fig. 17 bis 21 eine Meßtechnik unter Anwendung der Leitfähigkeit eines Nichtelektryten,

Fig. 21a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Einsatz der Leitfähigkeitstechnik bei Nichtelektryten,

Fig. 22 bis 26 eine Meßtechnik unter Anwendung von Gasionisation-Funkenentladungsmessung,

Fig. 26a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Einsatz der Gasionisations-Funkenentladung,

Fig. 27 bis 30 eine Meßtechnik unter Verwendung einer Waage,

Fig. 30a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Verwendung einer Waage als Sensor,

Fig. 31 bis 34 eine Meßtechnik unter Verwendung der Induktionsspannungsmessung,

Fig. 34a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Anwendung von Induktionsströmen und

Fig. 35 bis 37 eine Meßtechnik für die Steuerung unter Verwendung eines Auffanggefäßes.

Sich entsprechende Komponenten der Vorrichtung sind in den Figuren mit übereinstimmenden Bezugszeichen gekennzeichnet.

Ein Gefäß 1, dessen Innenraum mit einer erwärmten Flüssigkeit 2 gefüllt ist, ist mit einer regelbaren Heizung (nicht dargestellt) verbunden. In dem Flüssigkeitsbad 2 befindet sich ein Verdampfungskolben 4, der sich an seinem

unteren Ende zylindrisch oder birnenförmig verjüngend in einen Fortsatz 3 fortsetzt. Der Kolben 4 ist um seine vertikal verlaufende Mittelachse rotierbar, wobei die Drehung des Verdampfungskolbens 4 durch einen mit Drehzahlregler 102a gesteuerten Motor 102 verändert wird.

In den oben dicht verschließbaren Verdampfungskolben 4 ragt eine Zuleitung 5 für die zu verdampfende Flüssigkeitsprobe 6, ferner ein Rohrstützen 7 für das Absaugen der im Fortsatz 3 verbliebenen Restmenge nach Abschluß des Verdampfungsvorganges und eine Spülleitung 8 (siehe Fig. 7) für die Zuführung eines zum vollständigen Ausspülen der Restmenge dienenden reinen Lösungsmittels. Über einen Vakuumschlauch 9 werden die im Verdampfungskolben 4 befindliche Luft sowie die während des Verdampfungsvorganges entstehenden Lösungsmittelämpfe abgesaugt und der Druck im Kolben geregelt. Die Leistung der mit dem Vakuumschlauch 9 verbundenen Pumpe 103 ist über einen Druckregler 103a Regelbar. Eine Lichtschranke 10a, b als Sensor befindet sich außerhalb des Gefäßes 1 für das Heizbad 2 und zwar in Höhe des birnenförmigen Fortsatzes 3 des Verdampfungskolbens 4, das heißt in einer Höhe, die der Flüssigkeitsspiegel der Restmenge nach Beendigung des Verdampfungsvorganges einnehmen soll. Der Sensor in Form einer Lichtschranke ist durch eine Leuchtdiode 10a und eine ihr gegenüberliegende Empfängerdiode 10b gebildet.

Die Anordnung der Lichtschranken 10a, b ist dabei so getroffen, dass die Empfängerdiode 10b kein Licht der Leuchtdiode 10a empfängt, wenn sich der Flüssigkeitsspiegel im Verdampfungskolben 4 unterhalb der Lichtschranke befindet. Sobald der Flüssigkeitsspiegel über das Niveau der Lichtschranken 10a, b ansteigt, wird der von der Leuchtdiode 10a ausgesandte Strahl so im Füllmedium abgelenkt, dass er die Empfängerdiode 10b erreicht. Nähere Einzelheiten dieser Meßtechnik sind in der deutschen Patentanmeldung 198 51 158.2 erläutert.

Es bleibt aber dem Belieben der Versuchsperson überlassen, ob sie bei der herkömmlichen Lichttechnik bleiben und das Füllkriterium mit anderer Anordnung der Lichtschranke, z. B. mit einer mittigen Durchstrahlung des Verdampfungskolbens bestimmen will.

Im folgenden werden die im Laufe des Verdampfungsvorganges durchlaufenden Verfahrensstufen erläutert, wobei auf die Meßtechnik nach der deutschen Patentanmeldung 198 51 258.2 Bezug genommen wird.

Verfahrensstufe 1

Der Verdampfungskolben 4 ist leer oder das Volumen der zu verdampfenden Flüssigkeit 6 befindet sich noch unterhalb der Lichtschranken 10a, b. Die Empfängerdiode 10b registriert kein Licht, es gelangen daher keine Signale an einen Drehzahlregler 102a, der wiederum mit der Regeleinrichtung 100 verbunden ist. Diese schickt auch keine Signale an den Thermoregler 105a der Heizung 105 für das Heizbad 2.

Während des Zulaufes der Flüssigkeit aus dem Reservoir 110, gesteuert durch das Ventil 110a, also während des Füllvorganges herrscht im Verdampfungskolben 4 Atmosphärendruck und Raumtemperatur. Der Kolben steht still (siehe Fig. 1).

Verfahrensstufe 2

Sobald der Flüssigkeitsspiegel im Verdampfungskolben das Niveau der Lichtschranken 10a, b überschreitet, registriert die Empfängerdiode 10b Licht und signalisiert dem Drehzahlregler 102a den Arbeitsbeginn des Motors 102.

Dieser bewirkt bei der Regeleinrichtung 100, dass der Druck entsprechend der Drehzahl reduziert wird. Ferner veranlaßt die Regeleinrichtung 100 den Beginn der Heizung, die Temperatur des Heizbades 2 wird erhöht. Bei jetzt erhöhter Temperatur und verringerter Temperatur beginnt die Verdampfung des Lösungsmittels.

Durch die Zuleitung 5 tropft noch kontinuierlich Probenflüssigkeit in den Verdampfungskolben 4. Infolge der durch die Drehung des Verdampfungskolbens 4 erzeugten Zentrifugalkraft bildet sich eine Flüssigkeitsschicht 11 an der Innwand des Verdampfungskolbens 4 beziehungsweise ein Luftkegel 12 (siehe Fig. 3).

Verfahrensstufe 3

15

Der Füllvorgang ist abgeschlossen. Die Lichtschranken 10a, b registrieren weiterhin Lichtimpulse, die an den Drehzahlregler 102a gelangen. Kontinuierlich wird die Drehzahl erhöht, sowie auch die anderen Parameter entsprechend geändert, bis schließlich der sich an die Innwand anlegenden Flüssigkeitsschicht von der im birnenförmigen Fortsatz 3 des Verdampfungskolbens 4 befindlichen Flüssigkeit 6 abreiht und die Lichtschranken 10a, b keine Lichtimpulse mehr erhalten. (Zustand 0).

Das verdampfte Lösungsmittel wird weiterhin durch die Leitung 9 abgesaugt. Die Konzentration der erwünschten Flüssigkeitskomponente steigt an.

Verfahrensstufe 4

30

Nun wird die Drehzahl wieder schrittweise verringert, bis die an der Innwand des Verdampfungskolbens 4 hochgestiegene Flüssigkeit 11 nach unten wandert und sich wieder mit der im birnenförmigen Fortsatz 3 befindlichen Flüssigkeitsmenge 6 vereinigt. Die Lichtschranken 10a, b erhalten erneut Lichtimpulse (Zustand 1) (siehe Fig. 5). Dies bewirkt wieder eine Erhöhung der Drehzahl, bis wieder der Zustand 0 der Lichtschranken erreicht wird (Pendelvorgang). Eine Drehzahlsteigerung führt zu einer Temperatursteigerung und Druckverminderung. Das Absenken der Drehzahl veranlaßt ein Abnehmen der Temperatur und Drucksteigerung.

Verfahrensstufe 5

45 In der Folge wiederholt sich das oben beschriebene Wechselspiel solange, bis schließlich durch die Lichtschranken 10a, b, angezeigt wird, dass sie während längerer Zeit, das heißt, trotz stetiger Reduktion der Drehzahl, z. B. mindestens über 10 Sek. dauernd, kein Licht empfängt. Dies bedeutet für die Versuchsperson, dass der Verdampfungsvorgang abgeschlossen ist. Es befindet sich nur noch in dem birnenförmigen Fortsatz 3 eine Restmenge an Flüssigkeit, die das vorgegebene Volumen einnimmt (siehe Fig. 6).

Sobald das gewünschte Endvolumen der Lösung erreicht ist, wird der Verdampfungskolben belüftet, die Heizung 105 und die Rotation des Kolbens 4 werden abgeschaltet.

Der vorstehend beschriebene Regelvorgang ist in Fig. 6a in Form eines Blockdiagrammes wiedergegeben. Signale der Lichtschranken 10a, b werden dem Drehzahlregler 102 zugeführt, der seinerseits Impulse an den Motor 102, der die Rotation des Verdampfungsgefäßes 3, 4 bewirkt und an die Regeleinrichtung 100 schickt. Die Regeleinrichtung 100 schickt in Abhängigkeit von der Drehzahl Impulse an den Druckregler 103, der den Druck im Verdampfungsgefäß absenkt. Ferner wird in Abhängigkeit von der Drehzahl ein Temperaturwert an den Thermoregler 105 weitergegeben, der die Heizung 105 für das Heizbad 2 schaltet, um die Temperatur im Verdampfungsgefäß 3, 4 zu erhöhen.

Die erhaltene Restmenge 6 wird dann, wie dies in Fig. 7 gezeigt ist, mittels der Absaugleitung 7 aus dem birnenförmigen Fortsatz 3 des Verdampfungskolbens 4 abgesaugt, und mit Hilfe einer durch einen Roboterarm 14 bewegbaren Nadel mit Nadelschleife 15a in ein Probegläschchen 16 übergeleitet. Über die Spülleitung 8 wird das Innere des Verdampfungskolbens 4 mit einem reinen Lösungsmittel ausgespült, das zusammen mit den restlichen noch im Kolben befindlichen aufkonzentrierten Bestandteilen ins Probegläschchen 16 übergeleitet wird.

Der Inhalt des Probegläschens 16 wird zusätzlich noch mit reinem Lösungsmittel bis zu einem gewünschten Endvolumen aufgefüllt. Das Erreichen dieses Endvolumens wird mit Hilfe der gleichen Lichtschrankentechnik unter Einsatz der Lichtschranke 17a, b festgestellt.

In den Fig. 8 bis 11 ist eine weitere Messeinrichtung und deren Wirkungsverlauf während des Verdampfungsvorganges schematisch dargestellt.

Im vorliegenden Beispiel befindet sich der Verdampfungskolben 3, 4 nicht in einem Heizbad, sondern wird unmittelbar z. B. mit Hilfe von Mikrowellen oder dergleichen beheizt. In den Verdampfungskolben wird ein trockener Luftstrom eingeleitet, der das verdampfte Lösungsmittel aufnimmt und mit sich fortführt. Der Verdampfungskolben wird mit konstanter, relativ geringer Drehzahl rotiert, um einen Siedeverzug vorzubeugen.

An der Außenseite des Verdampfungskolbens 3, 4 sind eine Mehrzahl von Lichtschranken 18a, b_(1...n) vertikal in Abständen übereinander angeordnet. Beim Absinken des Flüssigkeitsspiegels empfangen die Empfängerdioden der jeweils über dem Flüssigkeitsspiegel befindlichen Lichtschranken 18a, b Licht der Senderdiode. Sie signalisieren der Regeleinrichtung 100, dass sich der Verdampfungsvorgang mit gesteuerter, entsprechender Geschwindigkeit fortsetzen soll, bis schließlich die unterste Lichtschranke 18a, b_n ebenfalls Signale aussendet und damit der Regeleinrichtung anzeigt, dass das gewünschte Restvolumen erreicht wurde.

Dabei werden alle Lichtschranken 18a, b_(1...n) periodisch, z. B. alle 5 Sekunden, abgefragt. In Abhängigkeit davon, wieviele Lichtschranken Licht registrieren, steuert die Regeleinrichtung 100 einen Thermoregler 105a, der veranlaßt, dass die Heizung 105 die Temperatur um vordefinierte Gradschritte erhöht bzw. senkt und signalisiert dem Druckluftreservoir 106, die Luftzuführung zu verstärken oder gegebenenfalls zu verringern.

Beim Füllen nimmt die Anzahl der Lichtschranken 18a, b_(1...n) die Licht registrieren, ab. Entsprechend dieser Anzahl wird die Temperatur und die Luftzufuhr erhöht. Maximale Temperatur- und Luftzufuhr wird erreicht, wenn keine Lichtschranke mehr Licht empfängt. Beim Verdampfen nimmt die Anzahl der Lichtschranken 18a, b_(1...n) Licht empfängt, wieder zu, entsprechend dieser Anzahl wird die Temperatur- und Luftzufuhr reduziert.

Aus den Fig. 8 bis 11 läßt sich erkennen, welche der Lichtschranken 18a, b_(1...n) aufgrund des Lichtdurchgangs durch das Lösungsmittel keine Lichtimpulse erhalten. Fig. 11 zeigt den Endzustand des Verdampfungsvorganges. Das Licht der Senderdiode 18a geht durch den von Lösungsmittel freien Verdampfungskolben 3, 4 und gelangt an die Empfängerdiode 18b. Sobald die Regeleinrichtung 100 von der untersten Lichtschranke 18a, b_n länger als etwa 10 Sekunden Lichtimpulse erhält, schaltet sie alle Versuchsparameter ab. Es befindet sich nur noch die Restmenge in dem Verdampfungskolben 3, 4. Der Versuch ist beendet.

Ein der Fig. 6a entsprechendes Blockdiagramm 11a zeigt den Vorgang der Regelung des Verdampfungsvorganges bei Verwendung mehrerer Lichtschranken 18a, b_(1...n) und einem direkt beheizten Verdampfungskolben 3, 4, dem trok-

kene Luft aus einem Druckluftreservoir 106 in geregeltem Zustrom (Durchflußregler 106a) zugeführt wird. Der Motor 102 dreht das Verdampfungsgefäß 3, 4 mit konstanter geringer Geschwindigkeit, um einen Siedeverzug zu vermeiden.

- 5 Die jeweils oberhalb des Flüssigkeitsspiegels im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindlichen Lichtschranken 18a, b signalisieren der Regeleinrichtung 100 den Luftzstrom aus dem Druckluftreservoir 106 um vorbestimmte Schritte ansteigen zu lassen. Ferner steuert die Regeleinrichtung 100 den Thermoregler 105a, der bewirkt, dass die Temperatur des Heizbades sich erhöht. Die Regeleinrichtung 100 ist dabei so programmiert, dass sie kontinuierlich z. B. in 5 Sekundenstufen den Zustand der Lichtschranken 18a, b_(1...n) abfragt. Dabei sind die von der Regeleinrichtung 100 an
- 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90 95 100 105 110 115 120 125 130 135 140 145 150 155 160 165 170 175 180 185 190 195 200 205 210 215 220 225 230 235 240 245 250 255 260 265 270 275 280 285 290 295 300 305 310 315 320 325 330 335 340 345 350 355 360 365 370 375 380 385 390 395 400 405 410 415 420 425 430 435 440 445 450 455 460 465 470 475 480 485 490 495 500 505 510 515 520 525 530 535 540 545 550 555 560 565 570 575 580 585 590 595 600 605 610 615 620 625 630 635 640 645 650 655 660 665 670 675 680 685 690 695 700 705 710 715 720 725 730 735 740 745 750 755 760 765 770 775 780 785 790 795 800 805 810 815 820 825 830 835 840 845 850 855 860 865 870 875 880 885 890 895 900 905 910 915 920 925 930 935 940 945 950 955 960 965 970 975 980 985 990 995 1000 1005 1010 1015 1020 1025 1030 1035 1040 1045 1050 1055 1060 1065 1070 1075 1080 1085 1090 1095 1100 1105 1110 1115 1120 1125 1130 1135 1140 1145 1150 1155 1160 1165 1170 1175 1180 1185 1190 1195 1200 1205 1210 1215 1220 1225 1230 1235 1240 1245 1250 1255 1260 1265 1270 1275 1280 1285 1290 1295 1300 1305 1310 1315 1320 1325 1330 1335 1340 1345 1350 1355 1360 1365 1370 1375 1380 1385 1390 1395 1400 1405 1410 1415 1420 1425 1430 1435 1440 1445 1450 1455 1460 1465 1470 1475 1480 1485 1490 1495 1500 1505 1510 1515 1520 1525 1530 1535 1540 1545 1550 1555 1560 1565 1570 1575 1580 1585 1590 1595 1600 1605 1610 1615 1620 1625 1630 1635 1640 1645 1650 1655 1660 1665 1670 1675 1680 1685 1690 1695 1700 1705 1710 1715 1720 1725 1730 1735 1740 1745 1750 1755 1760 1765 1770 1775 1780 1785 1790 1795 1800 1805 1810 1815 1820 1825 1830 1835 1840 1845 1850 1855 1860 1865 1870 1875 1880 1885 1890 1895 1900 1905 1910 1915 1920 1925 1930 1935 1940 1945 1950 1955 1960 1965 1970 1975 1980 1985 1990 1995 2000 2005 2010 2015 2020 2025 2030 2035 2040 2045 2050 2055 2060 2065 2070 2075 2080 2085 2090 2095 2100 2105 2110 2115 2120 2125 2130 2135 2140 2145 2150 2155 2160 2165 2170 2175 2180 2185 2190 2195 2200 2205 2210 2215 2220 2225 2230 2235 2240 2245 2250 2255 2260 2265 2270 2275 2280 2285 2290 2295 2300 2305 2310 2315 2320 2325 2330 2335 2340 2345 2350 2355 2360 2365 2370 2375 2380 2385 2390 2395 2400 2405 2410 2415 2420 2425 2430 2435 2440 2445 2450 2455 2460 2465 2470 2475 2480 2485 2490 2495 2500 2505 2510 2515 2520 2525 2530 2535 2540 2545 2550 2555 2560 2565 2570 2575 2580 2585 2590 2595 2600 2605 2610 2615 2620 2625 2630 2635 2640 2645 2650 2655 2660 2665 2670 2675 2680 2685 2690 2695 2700 2705 2710 2715 2720 2725 2730 2735 2740 2745 2750 2755 2760 2765 2770 2775 2780 2785 2790 2795 2800 2805 2810 2815 2820 2825 2830 2835 2840 2845 2850 2855 2860 2865 2870 2875 2880 2885 2890 2895 2900 2905 2910 2915 2920 2925 2930 2935 2940 2945 2950 2955 2960 2965 2970 2975 2980 2985 2990 2995 3000 3005 3010 3015 3020 3025 3030 3035 3040 3045 3050 3055 3060 3065 3070 3075 3080 3085 3090 3095 3100 3105 3110 3115 3120 3125 3130 3135 3140 3145 3150 3155 3160 3165 3170 3175 3180 3185 3190 3195 3200 3205 3210 3215 3220 3225 3230 3235 3240 3245 3250 3255 3260 3265 3270 3275 3280 3285 3290 3295 3300 3305 3310 3315 3320 3325 3330 3335 3340 3345 3350 3355 3360 3365 3370 3375 3380 3385 3390 3395 3400 3405 3410 3415 3420 3425 3430 3435 3440 3445 3450 3455 3460 3465 3470 3475 3480 3485 3490 3495 3500 3505 3510 3515 3520 3525 3530 3535 3540 3545 3550 3555 3560 3565 3570 3575 3580 3585 3590 3595 3600 3605 3610 3615 3620 3625 3630 3635 3640 3645 3650 3655 3660 3665 3670 3675 3680 3685 3690 3695 3700 3705 3710 3715 3720 3725 3730 3735 3740 3745 3750 3755 3760 3765 3770 3775 3780 3785 3790 3795 3800 3805 3810 3815 3820 3825 3830 3835 3840 3845 3850 3855 3860 3865 3870 3875 3880 3885 3890 3895 3900 3905 3910 3915 3920 3925 3930 3935 3940 3945 3950 3955 3960 3965 3970 3975 3980 3985 3990 3995 4000 4005 4010 4015 4020 4025 4030 4035 4040 4045 4050 4055 4060 4065 4070 4075 4080 4085 4090 4095 4100 4105 4110 4115 4120 4125 4130 4135 4140 4145 4150 4155 4160 4165 4170 4175 4180 4185 4190 4195 4200 4205 4210 4215 4220 4225 4230 4235 4240 4245 4250 4255 4260 4265 4270 4275 4280 4285 4290 4295 4300 4305 4310 4315 4320 4325 4330 4335 4340 4345 4350 4355 4360 4365 4370 4375 4380 4385 4390 4395 4400 4405 4410 4415 4420 4425 4430 4435 4440 4445 4450 4455 4460 4465 4470 4475 4480 4485 4490 4495 4500 4505 4510 4515 4520 4525 4530 4535 4540 4545 4550 4555 4560 4565 4570 4575 4580 4585 4590 4595 4600 4605 4610 4615 4620 4625 4630 4635 4640 4645 4650 4655 4660 4665 4670 4675 4680 4685 4690 4695 4700 4705 4710 4715 4720 4725 4730 4735 4740 4745 4750 4755 4760 4765 4770 4775 4780 4785 4790 4795 4800 4805 4810 4815 4820 4825 4830 4835 4840 4845 4850 4855 4860 4865 4870 4875 4880 4885 4890 4895 4900 4905 4910 4915 4920 4925 4930 4935 4940 4945 4950 4955 4960 4965 4970 4975 4980 4985 4990 4995 5000 5005 5010 5015 5020 5025 5030 5035 5040 5045 5050 5055 5060 5065 5070 5075 5080 5085 5090 5095 5100 5105 5110 5115 5120 5125 5130 5135 5140 5145 5150 5155 5160 5165 5170 5175 5180 5185 5190 5195 5200 5205 5210 5215 5220 5225 5230 5235 5240 5245 5250 5255 5260 5265 5270 5275 5280 5285 5290 5295 5300 5305 5310 5315 5320 5325 5330 5335 5340 5345 5350 5355 5360 5365 5370 5375 5380 5385 5390 5395 5400 5405 5410 5415 5420 5425 5430 5435 5440 5445 5450 5455 5460 5465 5470 5475 5480 5485 5490 5495 5500 5505 5510 5515 5520 5525 5530 5535 5540 5545 5550 5555 5560 5565 5570 5575 5580 5585 5590 5595 5600 5605 5610 5615 5620 5625 5630 5635 5640 5645 5650 5655 5660 5665 5670 5675 5680 5685 5690 5695 5700 5705 5710 5715 5720 5725 5730 5735 5740 5745 5750 5755 5760 5765 5770 5775 5780 5785 5790 5795 5800 5805 5810 5815 5820 5825 5830 5835 5840 5845 5850 5855 5860 5865 5870 5875 5880 5885 5890 5895 5900 5905 5910 5915 5920 5925 5930 5935 5940 5945 5950 5955 5960 5965 5970 5975 5980 5985 5990 5995 6000 6005 6010 6015 6020 6025 6030 6035 6040 6045 6050 6055 6060 6065 6070 6075 6080 6085 6090 6095 6100 6105 6110 6115 6120 6125 6130 6135 6140 6145 6150 6155 6160 6165 6170 6175 6180 6185 6190 6195 6200 6205 6210 6215 6220 6225 6230 6235 6240 6245 6250 6255 6260 6265 6270 6275 6280 6285 6290 6295 6300 6305 6310 6315 6320 6325 6330 6335 6340 6345 6350 6355 6360 6365 6370 6375 6380 6385 6390 6395 6400 6405 6410 6415 6420 6425 6430 6435 6440 6445 6450 6455 6460 6465 6470 6475 6480 6485 6490 6495 6500 6505 6510 6515 6520 6525 6530 6535 6540 6545 6550 6555 6560 6565 6570 6575 6580 6585 6590 6595 6600 6605 6610 6615 6620 6625 6630 6635 6640 6645 6650 6655 6660 6665 6670 6675 6680 6685 6690 6695 6700 6705 6710 6715 6720 6725 6730 6735 6740 6745 6750 6755 6760 6765 6770 6775 6780 6785 6790 6795 6800 6805 6810 6815 6820 6825 6830 6835 6840 6845 6850 6855 6860 6865 6870 6875 6880 6885 6890 6895 6900 6905 6910 6915 6920 6925 6930 6935 6940 6945 6950 6955 6960 6965 6970 6975 6980 6985 6990 6995 7000 7005 7010 7015 7020 7025 7030 7035 7040 7045 7050 7055 7060 7065 7070 7075 7080 7085 7090 7095 7100 7105 7110 7115 7120 7125 7130 7135 7140 7145 7150 7155 7160 7165 7170 7175 7180 7185 7190 7195 7200 7205 7210 7215 7220 7225 7230 7235 7240 7245 7250 7255 7260 7265 7270 7275 7280 7285 7290 7295 7300 7305 7310 7315 7320 7325 7330 7335 7340 7345 7350 7355 7360 7365 7370 7375 7380 7385 7390 7395 7400 7405 7410 7415 7420 7425 7430 7435 7440 7445 7450 7455 7460 7465 7470 7475 7480 7485 7490 7495 7500 7505 7510 7515 7520 7525 7530 7535 7540 7545 7550 7555 7560 7565 7570 7575 7580 7585 7590 7595 7600 7605 7610 7615 7620 7625 7630 7635 7640 7645 7650 7655 7660 7665 7670 7675 7680 7685 7690 7695 7700 7705 7710 7715 7720 7725 7730 7735 7740 7745 7750 7755 7760 7765 7770 7775 7780 7785 7790 7795 7800 7805 7810 7815 7820 7825 7830 7835 7840 7845 7850 7855 7860 7865 7870 7875 7880 7885 7890 7895 7900 7905 7910 7915 7920 7925 7930 7935 7940 7945 7950 7955 7960 7965 7970 7975 7980 7985 7990 7995 8000 8005 8010 8015 8020 8025 8030 8035 8040 8045 8050 8055 8060 8065 8070 8075 8080 8085 8090 8095 8100 8105 8110 8115 8120 8125 8130 8135 8140 8145 8150 8155 8160 8165 8170 8175 8180 8185 8190 8195 8200 8205 8210 8215 8220 8225 8230 8235 8240 8245 8250 8255 8260 8265 8270 8275 8280 8285 8290 8295 8300 8305 8310 8315 8320 8325 8330 8335 8340 8345 8350 8355 8360 8365 8370 8375 8380 8385 8390 8395 8400 8405 8410 8415 8420 8425 8430 8435 8440 8445 8450 8455 8460 8465 8470 8475 8480 8485 8490 8495 8500 8505 8510 8515 8520 8525 8530 8535 8540 8545 8550 8555 8560 8565 8570 8575 8580 8585 8590 8595 8600 8605 8610 8615 8620 8625 8630 8635 8640 8645 8650 8655 8660 8665 8670 8675 8680 8685 8690 8695 8700 8705 8710 8715 8720 8725 8730 8735 8740 8745 8750 8755 8760 8765 8770 8775 8780 8785 8790 8795 8800 8805 8810 8815 8820 8825 8830 8835 8840 8845 8850 8855 8860 8865 8870 8875 8880 8885 8890 8895 8900 8905 8910 8915 8920 8925 8930 8935 8940 8945 8950 8955 8960 8965 8970 8975 8980 8985 8990 8995 9000 9005 9010 9015 9020 9025 9030 9035 9040 9045 9050 9055 9060 9065 9070 9075 9080 9085 9090 9095 9100 9105 9110 9115 9120 9125 9130 9135 9140 9145 9150 9155 9160 9165 9170 9175 9180 9185 9190 9195 9200 9205 9210 9215 9220 9225 9230 9235 9240 9245 9250 9255 9260 9265 9270 9275 9280 9285 9290 9295 9300 9305 9310 9315 9320 9325 9330 9335 9340 9345 9350 9355 9360 9365 9370 9375 9380 9385 9390 9395 9400 9405 9410 9415 9420 9425 9430 9435 9440 9445 9450 9455 9460 9465 9470 9475 9480 9485 9490 9495 9500 9505 9510 9515 9520 9525 9530 9535 9540 9545 9550 9555 9560 9565 9570 9575 9580 9585 9590 9595 9600 9605 9610 9615 9620 9625 9630 9635 9640 9645 9650 9655 9660

gels. Das Amperemeter seinerseits steuert die Stellvorrichtung 108 und diese den Ablauf des Verdampfungsvorganges. Schließlich ist der Widerstandssensor 19a pendelnd bis zu einem Endpunkt hinuntergefahren, der dem Flüssigkeitsspiegel des gewünschten Restvolumens entspricht. Siehe Fig. 16. Der Widerstandswert steigt auf seinen anfänglichen Wert an. Die Programmierung ist so vorgenommen worden, dass die Regeleinrichtung 100, sofern sich der Widerstandswert während 10 Sekunden nicht mehr ändert, den Verdampfungsvorgang abschaltet.

Aus dem Blockdiagramm 16a ist der Regelablauf des Verdampfungsvorganges bei Anwendung des Widerstandssensors 19a zu ersehen.

Der Widerstandssensor 19a bestimmt die im Amperemeter 21 feststellbare Stromhöhe (0,1). Durch die jeweilige Anzeige 0 bzw. 1 wird die Stellvorrichtung 108 gesteuert, die ihrerseits die Position des Widerstandssensors 19a ändert. Der Positionssensor 108a der Stellvorrichtung 108 gibt an die Regeleinrichtung 100 ein positionsabhängiges Signal, mit dem der Druckregler 103a und der Thermoregler 105a gesteuert werden.

Der Motor 102 bewirkt auch hier eine konstante geringe Umdrehung des Verdampfungsgefäßes 3, 4 um einem Siedeverzug und damit eventuellen Fehlanzeigen des Widerstandssensors 19a vorzubeugen.

Alternativ kann auch ein Widerstandssensor mit negativem Temperaturkoeffizient verwendet werden. Bei diesem Widerstandssensor sinkt der Widerstand bei steigender Temperatur ab und steigt bei fallender Widerstandstemperatur an. Die Steuerung der Regeleinrichtung erfolgt dann entsprechend.

Man kennt auch Wärmeleitfähigkeitssensoren in Form kleiner eingeschmolzener Thermistoren mit negativen Temperaturkoeffizienten. Diese Thermistoren werden auf Temperaturen von ca. 200°C aufgeheizt. Infolge der besseren Wärmeleitung der Flüssigkeit kühlst sich der Thermistor beim Übergang Luft/Flüssigkeit ab, wodurch sein elektrischer Widerstand steigt. Der Einsatz dieser Thermistoren zur Regelung des Verdampfungsvorganges erfolgt entsprechend der vorstehend im Zusammenhang mit den Widerstandssensoren mit negativen Temperaturkoeffizienten beschriebenen Verfahrensweise.

Als Steuersignale für die Stellvorrichtung können auch Stromsignale dienen, die bei Leitfähigkeitsmessungen den Anstieg bzw. den Abfall der Leitfähigkeit anzeigen. Voraussetzung hierbei ist, dass die zu bestimmende Lösung elektrisch leitfähig ist und beim Stromdurchgang keine elektrolytische Zersetzung erleidet. Im letzteren Fall, also bei Salzen, Säuren und Basen müsste man sich mit kleinen Elektroden, die in der jeweiligen Messebene in der Glaswand des Kolbens eingeschmolzen sind, behelfen.

In den Fig. 17 bis 21 ist das Messprinzip unter Anwendung der Leitfähigkeitsmesstechnik bei Nichteletkolyten erläutert.

Tauchen die Elektroden in die Lösung ein, fließt im Amperemeter ein Strom, befinden sich die Elektroden in der Luft, also oberhalb des Flüssigkeitsspiegels, fließt kein Strom. Um eine kontinuierliche Steuerung des Verdampfungsvorganges durchführen zu können, ist ebenfalls eine Stelleinrichtung vorgesehen, die dazu dient, die Höhe der Elektroden relativ zum Flüssigkeitsspiegel verändern zu können.

In Fig. 17 befindet sich ein Leitfähigkeitssensor 22 mit den Elektroden 22a, b in Kontakt mit der im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindlichen Lösung. Ein Amperemeter 21 stellt die jeweilige Stromhöhe (0,1) fest und steuert die Stellvorrichtung 108 für den Verdampfungsverlauf. Im Zustand der Fig. 17 sind die Elektroden 22a, b in Kontakt mit der Lö-

sung. Das Amperemeter 21 registriert eine hohe Leitfähigkeit, es fließt ein hoher Strom, (Zustand (1)).

In Fig. 18 ist der Flüssigkeitsspiegel soweit abgesunken, dass sich die Elektroden außerhalb der Lösung befinden.

5 Der Kontakt zwischen den Elektroden 22a, b ist abgerissen, es fließt kein Strom. Die Stellvorrichtung 108 signalisiert den Elektroden 22a, b sich abzusunken, bis das Amperemeter 21 erneut Strom anzeigt und damit Kontakt mit der Flüssigkeit signalisiert.

10 Dieser Vorgang wiederholt sich, bis schließlich der Endpunkt, nämlich das gewünschte Restvolumen der Flüssigkeit erreicht ist. Hier reißt der Kontakt zwischen den Elektroden 22a, 22b ab. Die Stellvorrichtung 108 bleibt in ihrer Endlage. Der Verdampfungsvorgang wird abgebrochen.

15 Im Blockdiagramm 21a, das im wesentlichen dem Diagramm in Fig. 17a entspricht, ist dargestellt, dass die als Leitfähigkeitssensoren 22 dienenden Elektroden 22a, b alternativ Strom oder keinen Strom an das Messgerät 21 liefern, das die Zustände (1,0) anzeigt und damit die Stellvorrichtung 108 steuert. Der Positionssensor 108a der Stellvorrichtung 108 steuert die Regeleinrichtung 100 und diese wiederum in Abhängigkeit von der Position der Stellvorrichtung 108 den Druckregler 103a und den Thermoregler 105a. Der Leitfähigkeitssensor 22 wird pendelnd über die

20 Stellvorrichtung 108 stets im Bereich des Pegels der im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindlichen Flüssigkeit gehalten. Wenn das Amperemeter 21 länger als 5 Sekunden, z. B. 10 Sekunden lang keinen Stromwert anzeigt, heißt dies, dass die Stelleinrichtung 108 an ihrer untersten Stelle angelangt

25 30 ist. Der Regeleinrichtung 100 wird das Ende des Verdampfungsprozesses angezeigt, so dass diese die Versuchsparameter abschaltet.

Als eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels kennt der Fachmann die Messtechnik unter 35 Anwendung der Gasionisations-Funkenentladung zwischen zwei Elektroden. (Siehe Fig. 22-26).

Die in die Höhe der Messebene einstellbaren Elektroden 23a, b sind mit einem Hochspannungsgenerator 109 verbunden. Solange die beiden Elektroden 23a, b in die im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindliche Flüssigkeit eintauchen, fließt kein Strom, da die Lösung als Isolator wirkt. Sobald der Flüssigkeitsspiegel absinkt, die Elektroden 23a, b frei sind, kommt es zu einer Gasentladung im Gasraum, sofern die Spannung des Generators 109 hoch genug gewählt ist.

40 45 Der am Messgerät 21 festzustellende Impuls dient als Steuersignal für eine Stelleinrichtung 108, die bewirkt, dass die Elektroden 23a, b erneut bis zum Eintauchen in die Lösung abgesenkt werden. Wenn die Elektroden 23a, b in die Lösung eintauchen, steuert die Regeleinrichtung 100 die Verdampfungsparameter, wie Temperatur und Druck. Bei Eintreten einer Gasentladung werden die Elektroden 23a, b über die Stellvorrichtung 108 genügend nachgestellt, bis die Gasentladung wieder unterbrochen wird. Entsprechend der Position der Stellvorrichtung 108 werden die Verdampfungs-

50 55 parameter über die Regeleinrichtung 100 bis zum gewünschten Restvolumen verändert. Wenn der in Fig. 26 dargestellte Zustand erreicht ist, das heißt, die Verdampfung ist bis zur Erreichung des gewünschten Restvolumens fortgeschritten. Die Stellvorrichtung 108 hat die Elektroden 23a, b bis in ihre unterste Stellung hinuntergefahren, in der sich die Elektroden 23a, b außerhalb der Lösung befinden. Ihre Endlage ist erreicht. Die Regeleinrichtung 100 schaltet die für die Verdampfung erforderlichen Parameter ab und beendet die Tätigkeit der Stelleinrichtung 108. Die für die Verdampfung erforderliche Schaltung ist aus Fig. 26a zu entnehmen.

60 65 Als weiteres Arbeitsprinzip für eine kontinuierliche Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels mit hierdurch über die Regeleinrichtung gesteuertem Verdampfungsverlauf dient die

Wägetechnik. (Siehe Fig. 27 bis 30). Hierbei befindet sich das Verdampfungsgefäß 34 auf einer Waage 24. Die kontinuierliche Abnahme des Gewichts während des Verdampfungsvorganges d. h. die Anzeigewerte der Waage 24 dienen als Steuerung für die Regeleinrichtung 100. Bei Erreichung des dem Restvolumen entsprechenden Gewichtes wird der Verdampfungsvorgang beendet. Bei diesem Verfahren ist es allerdings erforderlich, dass das spezifische Gewicht der Restflüssigkeit bekannt ist. Das Blockdiagramm 30a zeigt die für den steuerbaren Verdampfungsvorgang erforderliche Schaltung.

Die fortlaufende Bestimmung des jeweils vorhandenen Flüssigkeitspegels kann auch durch eine Induktionsspannungsmessung erfolgen. Siehe Fig. 31 bis 34.

Um das Verdampfungsgefäß 3, 4 sind in Abständen übereinander voneinander unabhängige Induktionsspulen 26a, b, c, ..., n angeordnet, die mit entsprechenden Spannungsmessern 28a, b, c, ..., n verbunden sind.

Auf der Flüssigkeitsoberfläche schwimmt ein magnetisierter Gegenstand, z. B. eine magnetische Kugel 27. Sinkt der Flüssigkeitsspiegel ab, schneiden die magnetischen Kraftlinien des mit dem Flüssigkeitsspiegel absinkenden magnetischen Gegenstandes 27 die Leiterwicklungen der Induktionsspulen 26a, b, c, ..., n und erzeugen in der entsprechenden Spule einen Induktionsstrom, dessen Höhe 25 mittels des dieser Spule zugeordneten Voltmeters 28a, b, c, ..., n mit den Anzeigezuständen 0,1 registriert wird und zur Steuerung der Regeleinrichtung 100 dient. Entsprechend der in den Fig. 31 bis 34 gezeigten jeweiligen Lage des Flüssigkeitsspiegels zeigen die verschiedenen Voltmeter 28a bzw. 30 28b bzw. 28c bzw. 28d den Spannungszustand 0 oder 1 an, der als Steuersignal für die Regeleinrichtung 100 dient. Diese Steuerung erfolgt, bis die Flüssigkeit das gewünschte Restvolumen erreicht hat. Die Fig. 34a zeigt die beschriebene Messanordnung in Form eines Blockdiagramms.

Auch Ultraschallsensoren können für die Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels herangezogen werden. Es ist nämlich bekannt, dass Schallwellen mit Frequenzen > 20 kHz sich in Gasen und Flüssigkeiten unterschiedlich ausbreiten und infolge der sich ändernden Schallimpedanz (Produkt aus Schallgeschwindigkeit und Dichte des Mediums) an Grenzflächen reflektiert werden.

Beim Echoverfahren wird die Reflexion durch einen in der Messebene befindlichen, als Geber und Empfänger dienenden Schallkopf bewirkt, wobei letzterer anzeigt, ob sich 45 in der Messebene Flüssigkeit oder Gas befindet.

Die vorstehend beschriebenen Messtechniken könnten auch in Verbindung mit einem Auffanggefäß für das Destillat vorgenommen werden. Wie in den Fig. 35 bis 37 gezeigt ist, führt eine Verbindungsleitung 29 für die Dämpfe aus dem Verdampfungsgefäß 3, 4 über einen Kühler 30 in ein Destillatauffanggefäß 31. Der Füllvorgang im Auffanggefäß 31 kann unter entsprechender Anwendung der gleichen Messtechniken wie beim Verdampfungsgefäß verfolgt werden. Der Flüssigkeitsspiegel im Auffanggefäß 31 wird bestimmt und dient zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs. Eine entsprechende Übertragung der vorstehend beschriebenen Techniken liegt im Rahmen des Könnens eines Durchschnittsfachmannes.

Fig. 35 zeigt den Beginn der Verdampfung. In Fig. 37 ist 60 der Endpunkt der Verdampfung wiedergegeben. Im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindet sich nur noch das gewünschte Restvolumen.

Bei der in den Fig. 1 bis 6 dargestellten Vorrichtung wurde das Verdampfungsgefäß 3, 4 in ein temperierbares Bad eingesetzt. Es ist natürlich auch möglich, an Stelle der steuerbaren Temperatur des Bades das Verdampfungsgefäß und/oder das Bad mittels steuerbarer Infrarotstrahlung oder 65

unter Anwendung steuerbarer Mikrowellentechnik zu erhitzen.

Die zur Steuerung des Verdampfungsvorganges geeigneten Regeleinrichtungen können sowohl elektrischer sowie 5 auch elektronischer Art sein und sind jedem Fachmann auf dem Gebiet der Messtechnik bekannt.

Nach dem Gesagten dürfte es für jeden Fachmann möglich sein, auch hier nicht erwähnte Messtechniken zur Grenzwertbestimmung zwischen Flüssigkeit und Gas zur 10 Steuerung einer Regeleinrichtung, durch die der Verlauf des Verdampfungsvorganges bestimmt wird, einzusetzen. Diese äquivalenten Mittel bilden daher auch Gegenstand dieser Anmeldung.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmtes Restvolumen, bei dem mit mindestens einem Sensor die Lage des Flüssigkeitsspiegels in einem Verdampfungsgefäß erfasst wird, dadurch gekennzeichnet, dass das oder die Messergebnisse des oder der Sensoren so an eine Regeleinrichtung weitergeleitet werden, dass nach Maßgabe des jeweiligen Flüssigkeitsspiegels die Verdampfungsparameter in gegenseitiger Abhängigkeit den Ablauf des Verdampfungsvorganges steuern.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor eine optische Sensoren-Technik eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass eine oder mehrere Lichtschranken verwendet werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor Widerstandsmeßtechnik eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor Leitfähigkeitsmeßtechnik eingesetzt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor Wägetechnik eingesetzt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor magnetisch erzeugter Induktionsstrom dient.
8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsverlauf mit Hilfe von Ultraschallmessung gesteuert wird.
9. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass Gasionisation-Funkenentladungstechnik eingesetzt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsvorgangs Wärmeleistungsmessung eingesetzt wird.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs das Verdampfungsgefäß in ein temperierbares Bad eingesetzt wird.
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsverlauf mittels Infrarotstrahler gesteuert wird.
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsverlauf mit Hilfe von Mikrowellentechnik gesteuert wird.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs das Verdampfungsgefäß mit einer Vakuumvorrichtung verbunden wird.
15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

sprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs ein Gas, vorzugsweise ein getrocknetes Gas, in das Verdampfungsgefäß eingeleitet wird.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sich das Gas auf einer veränderbar erhöhten Temperatur befindet. 5

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine Regeleinrichtung elektrischer oder elektronischer Art verwendet wird. 10

18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß während des Verdampfungsverlaufs rotiert wird. 15

19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Steuerung des Verdampfungsvorganges bereits während des Füllvorganges beginnt. 20

20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach Erreichen des gewählten Restvolumens im Verdampfungsgefäß die verbliebene Flüssigkeit sowie gegebenenfalls eine anschließend in das Verdampfungsgefäß gebrachte Spülflüssigkeit aus dem Verdampfungsgefäß abgesaugt 25 und in einen zweiten Probenbehälter überführt wird, dass dem zweiten Probenbehälter soviel reines Lösungsmittel zugeführt wird, bis ein vorbestimmmbares Flüssigkeitsvolumen in dem zweiten Probenbehälter erreicht ist und dass das Erreichen des Sollvolumens 30 im zweiten Probenbehälter mittels einer zweiten Lichtschranke angezeigt wird.

21. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 19 mit einem Verdampfungsgefäß, in dem sich die zu verdampfende Flüssigkeit befindet, deren Flüssigkeitsspiegel mittels eines oder mehrerer Sensoren feststellbar ist, dadurch gekennzeichnet, dass eine Regeleinrichtung (100) vorgesehen ist, der die Meßergebnisse des oder der Sensoren (10a, b; 18a, . . . n); 19a; 22a, b; 40 23a, b; 24; 27; 26a, b, c . . . n; 108a zugeführt werden, um den Verdampfungsverlauf zu steuern. 35

22. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass die Regeleinrichtung (100) elektrischer oder elektronischer Art ist. 45

23. Vorrichtung nach Anspruch 21 oder 22, dadurch gekennzeichnet, dass die Regeleinrichtung (100) in Abhängigkeit von der Position einer Stellvorrichtung (108) steuerbar ist. 50

24. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 21 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass die Stellvorrichtung (108) einen Positionssensor (108a) umfasst, der in Abhängigkeit von der Lage des Flüssigkeitsspiegels Signale an die Regeleinrichtung liefert. 55

25. Vorrichtung nach Anspruch 23 oder 24, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensoren ein oder mehrere in einem Abstand übereinander außerhalb des Verdampfungsgefäßes (3, 4) und/oder eines Auffanggefäßes (31) für die verdampfte Flüssigkeit (Destillat) angeordnete Lichtschranken (10a, b, 18a, b_(1 . . . n)) vorgesehen sind. 60

26. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor für den Flüssigkeitsspiegel ein elektrischer Widerstand (19) im Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder im Auffanggefäß (31) für das Destillat vorgesehen ist. 65

27. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor für die Lage

des Flüssigkeitsspiegels zwei Elektroden (22a, b) im Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder im Auffanggefäß (31) für das Destillat vorgesehen sind.

28. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass zur Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels zwei Elektroden (23a, b) im Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder im Auffanggefäß (31) für das Destillat vorgesehen sind, die mit einem Hochspannungsgenerator (109) verbunden sind.

29. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensoren Thermistoren eingesetzt sind, deren Wärmeleitfähigkeitssignale eine Stelleinrichtung (108) für die Thermistoren und/oder die Regeleinrichtung (100) steuern.

30. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass sich das Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder das Auffanggefäß (32) für das Destillat auf einer Waage (24) befinden und während des Verdampfungsverlaufs kontinuierlich gewogen werden, wobei die Meßergebnisse zur Steuerung der Regeleinrichtung (100) dienen.

31. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass zur Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels um das Verdampfungs- und/oder Auffanggefäß (3, 4, 31) Stromschleifen (26a, b, c . . . n) verlaufen und deren Induktionsströme durch einen auf der Flüssigkeit schwimmenden magnetisierten Gegenstand (27) erzeugt werden.

32. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 31, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß in ein temperierbares Bad (2) eingesetzt ist.

33. Vorrichtung nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erwärmung des Bades (2) und/oder des Verdampfungsgefäßes (3, 4) ein steuerbarer Infrarotstrahler dient.

34. Vorrichtung nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erwärmung des Bades (2) und/oder des Verdampfungsgefäßes (3, 4) eine steuerbare Mikrowelle eingesetzt ist.

35. Vorrichtung nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erwärmung des Bades (2) eine steuerbare Widerstandsheizung vorgesehen ist.

36. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß mit einer steuerbaren Vakuumvorrichtung (9) verbunden ist.

37. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß während des Verdampfungsverlaufs mit steuerbarer Umdrehungszahl rotiert.

38. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotationsachse des Verdampfungsgefäßes vertikal verläuft und mit der Längsmittelachse des Verdampfungsgefäßes (3, 4) zusammenfällt.

39. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 38, dadurch gekennzeichnet, dass sich der Innenraum des Verdampfungsgefäßes (4) an seinem der Füllöffnung gegenüberliegenden Ende in einen zylindrischen oder birnenförmigen Fortsatz (3) verjüngt.

40. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 39, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Sensor (10a, b) im Ansatzbereich des Fortsatzes (3) des Verdampfungsgefäßes angeordnet ist.

41. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 40, dadurch gekennzeichnet, dass eine Absaugleitung (7) in den Fortsatz (3) des Verdampfungsgefäßes (4) reicht, die zu einem Sammelgefäß (13) führt, aus dem

das aus dem Fortsatz (3) abgesaugte Konzentrat sowie
eine gegebenenfalls in den Kolben nachträglich einge-
füllte und ebenfalls abgesaugte Spülösung in einen
weiteren Probenbehälter (16) füllbar ist, der sich zur
Füllstandsbestimmung zwischen einer weiteren Licht-
schranke (17a, b) befindet. 5

42. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 41,
dadurch gekennzeichnet, dass eine erste Zuleitung (5)
für die zu verdampfende Flüssigkeit (6) vorgesehen ist.

43. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 42, 10
dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß
(4) mit einer zweiten Zuleitung (8) für das Spülmittel
verbindbar ist.

Hierzu 16 Seite(n) Zeichnungen

15

20

25

30

35

40

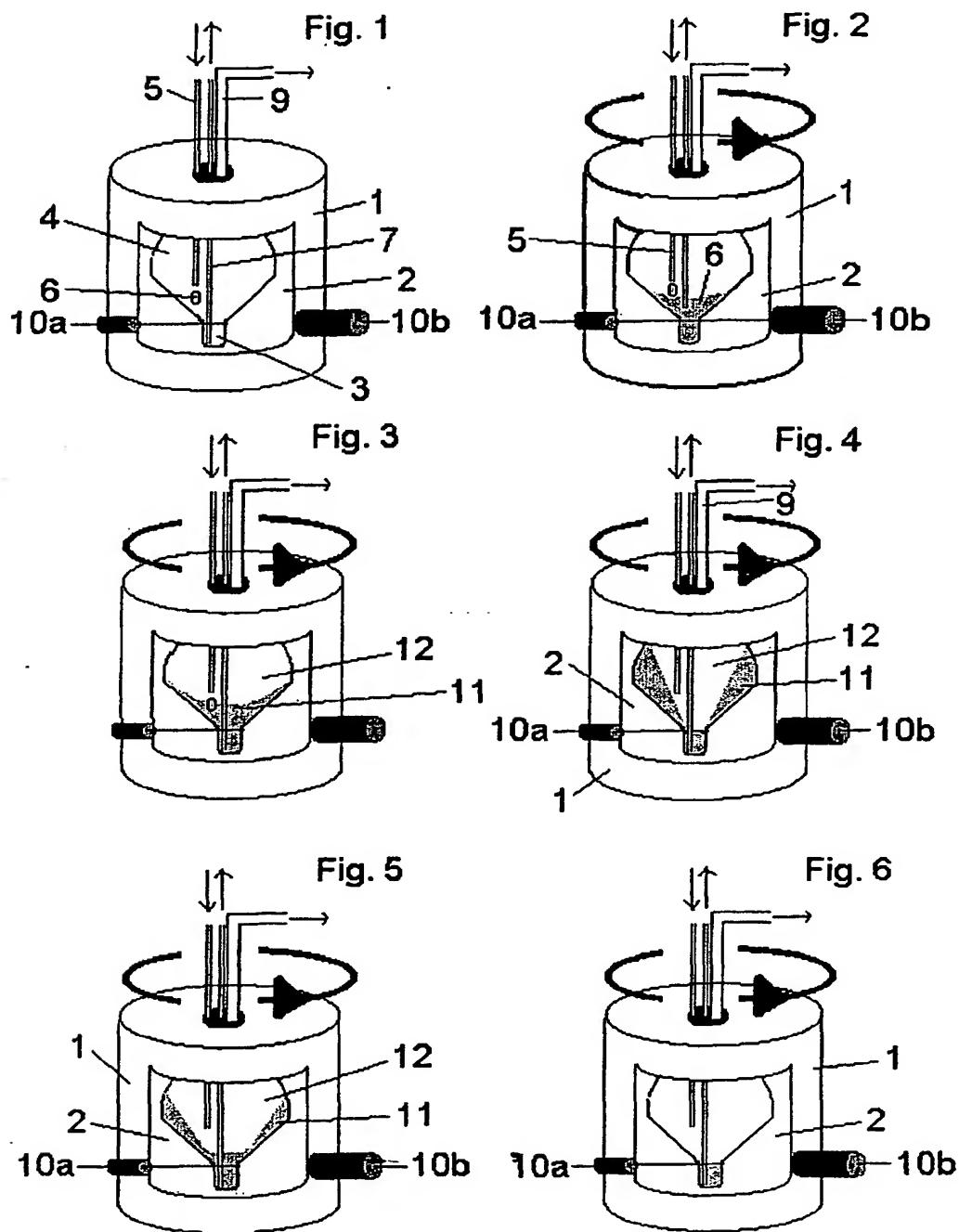
45

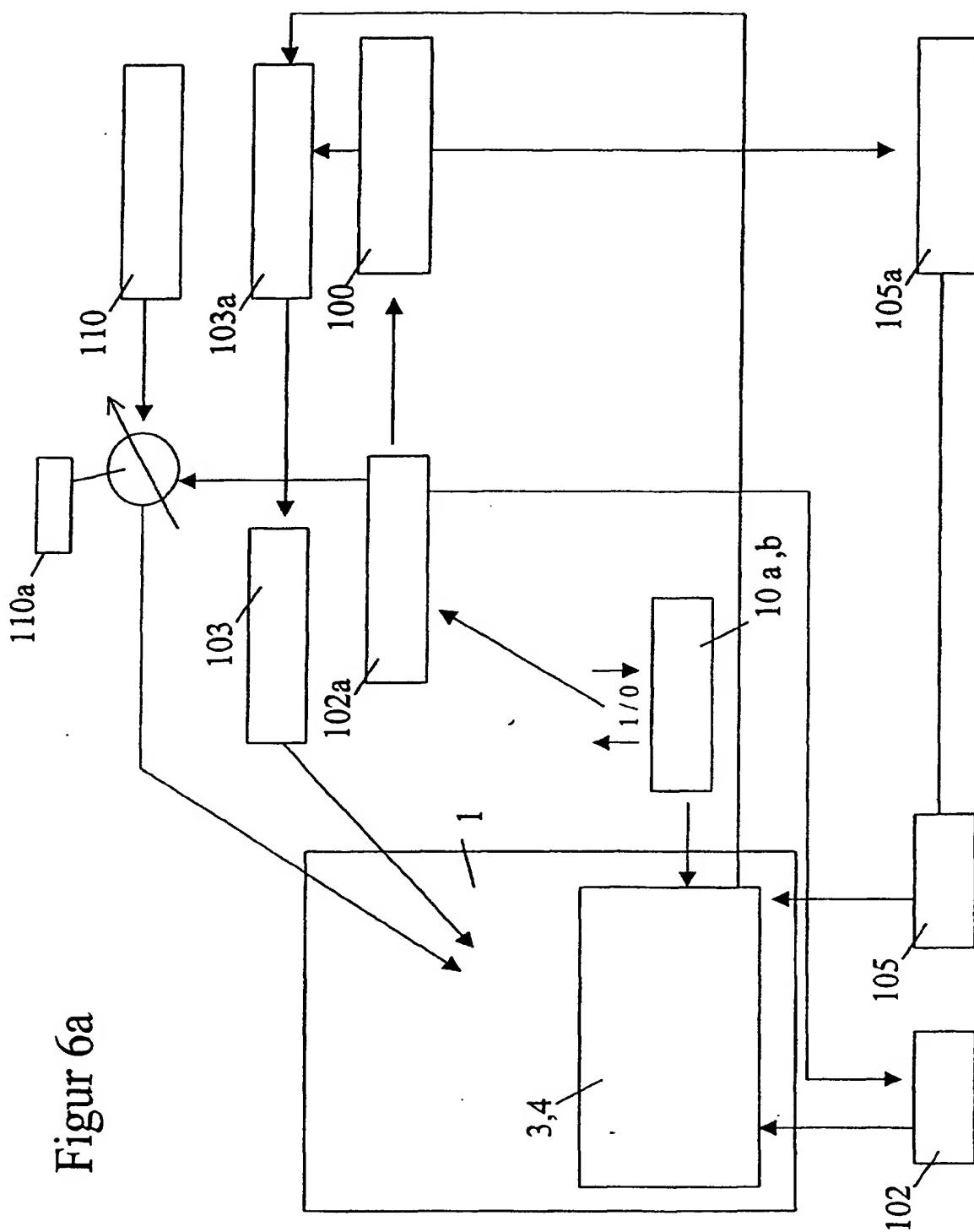
50

55

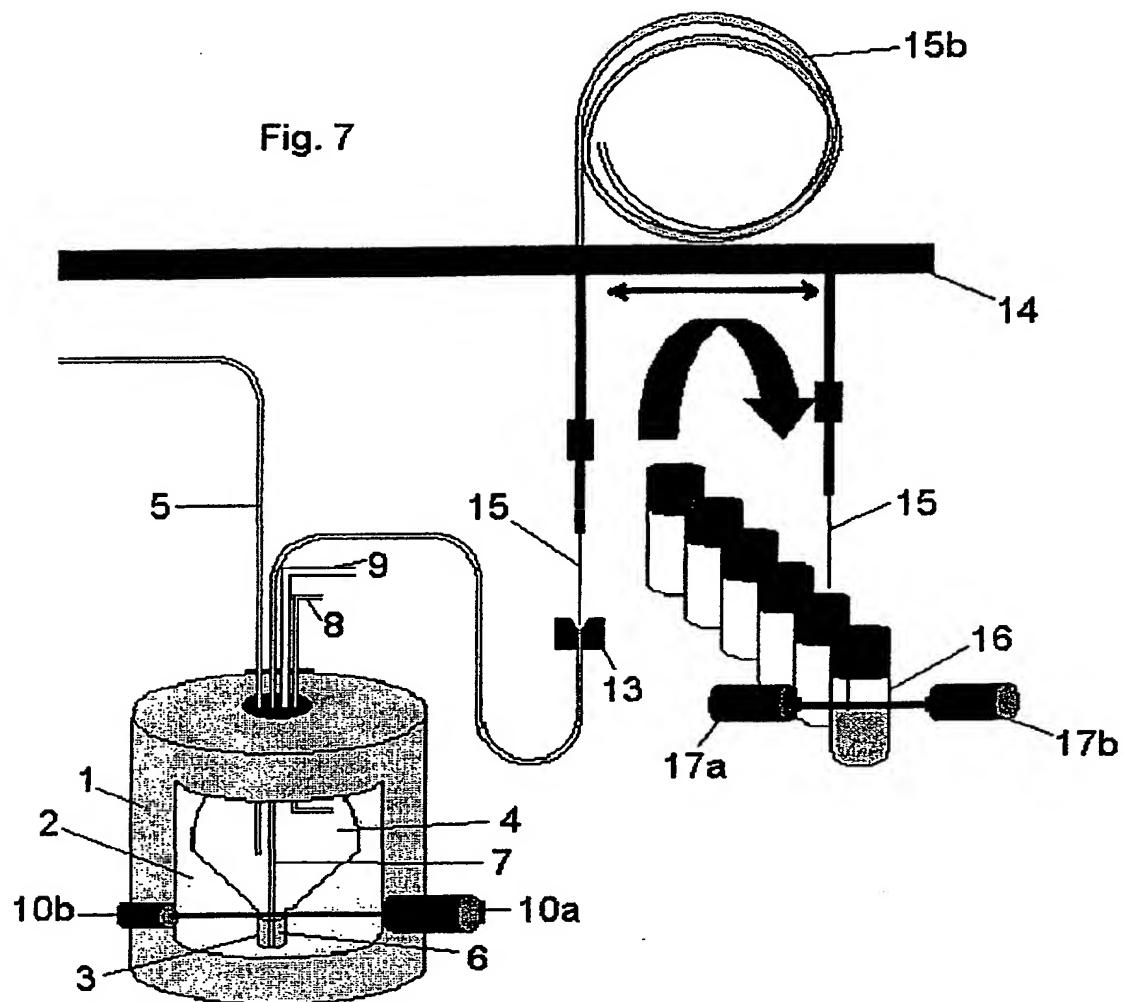
60

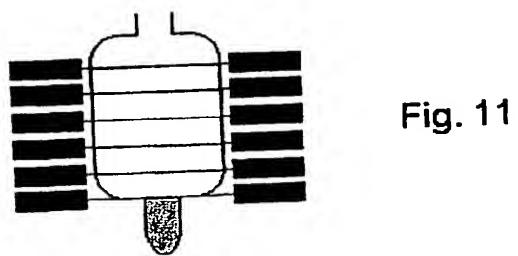
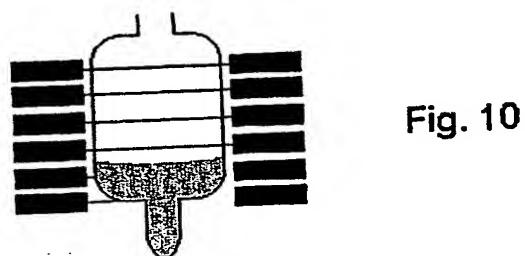
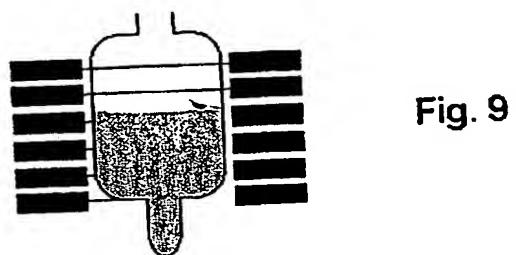
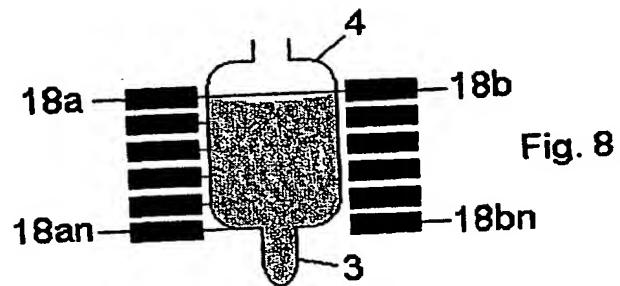
65



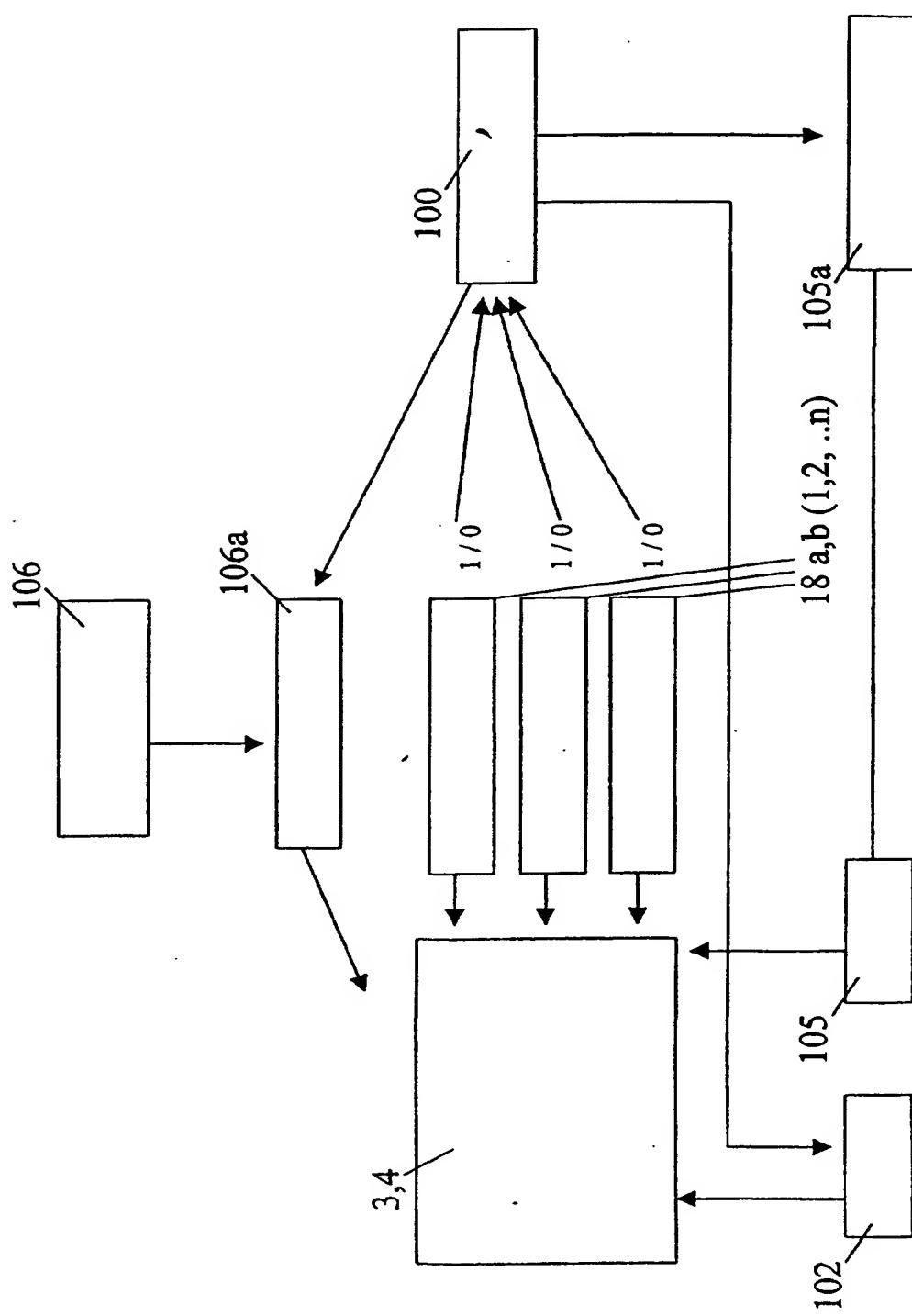


Figur 6a





Figur 11a



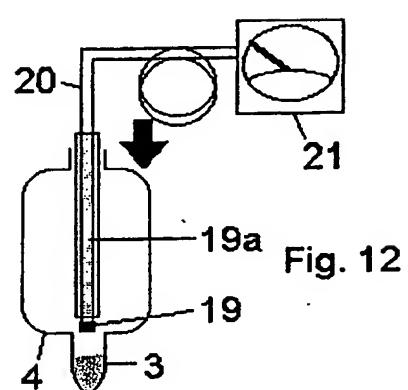


Fig. 12

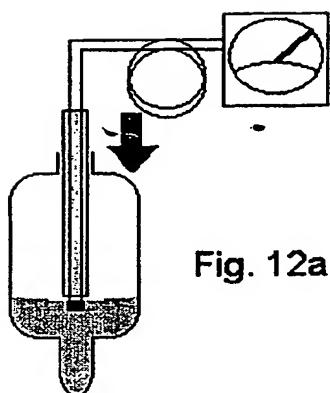


Fig. 12a

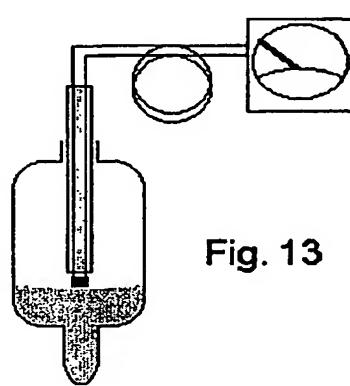


Fig. 13

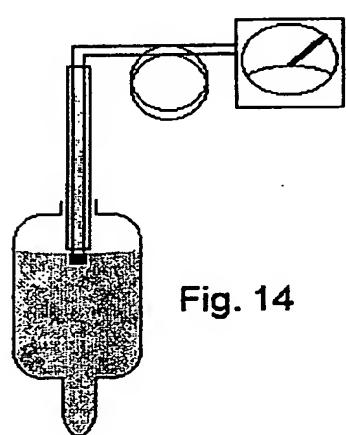


Fig. 14

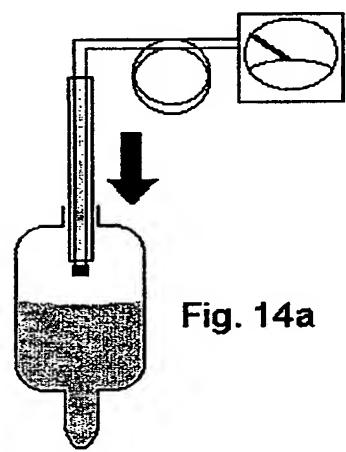


Fig. 14a

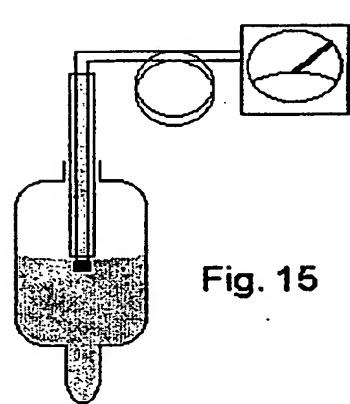


Fig. 15

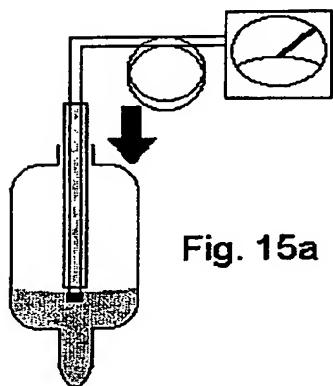


Fig. 15a

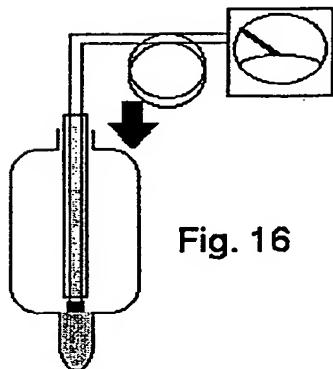
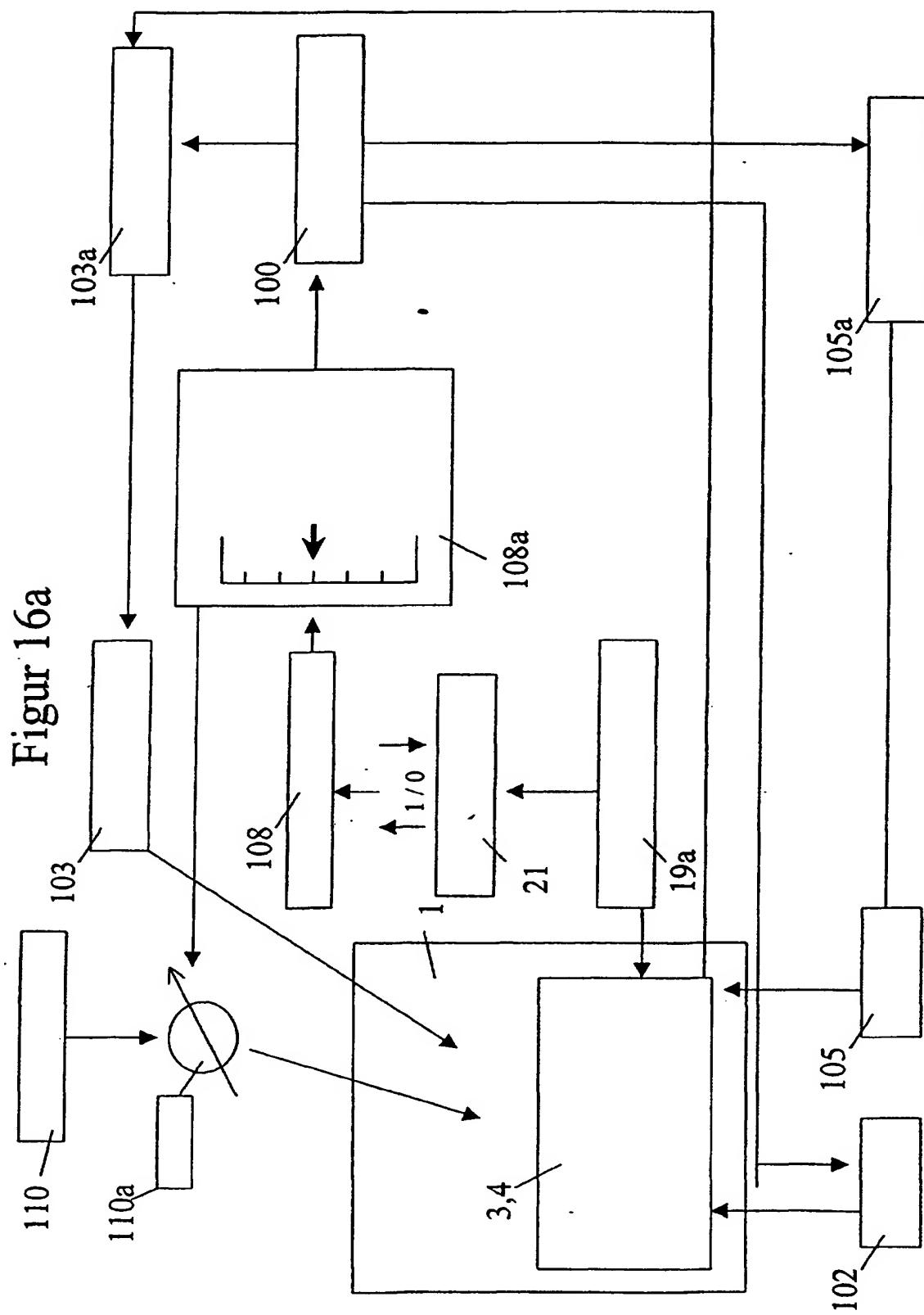


Fig. 16



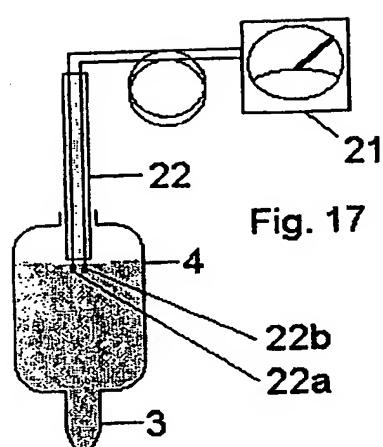


Fig. 17

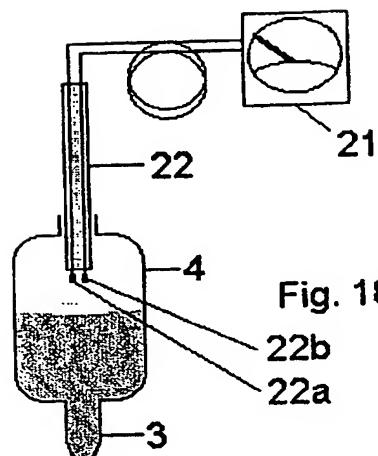


Fig. 18

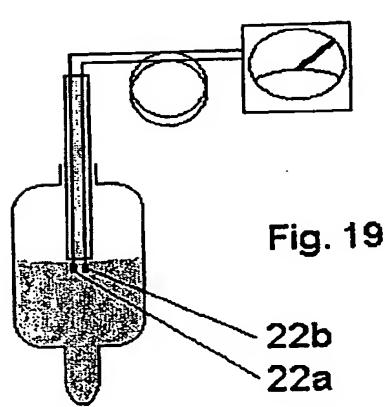


Fig. 19

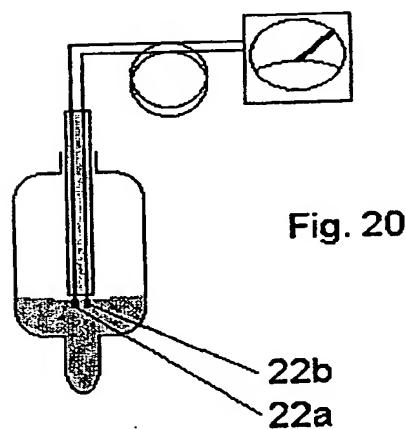


Fig. 20

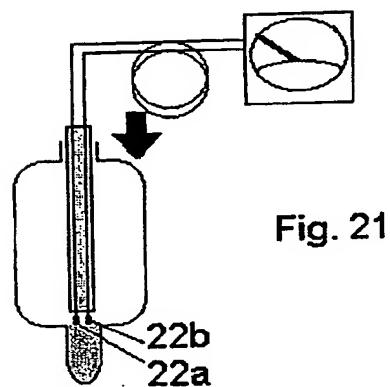
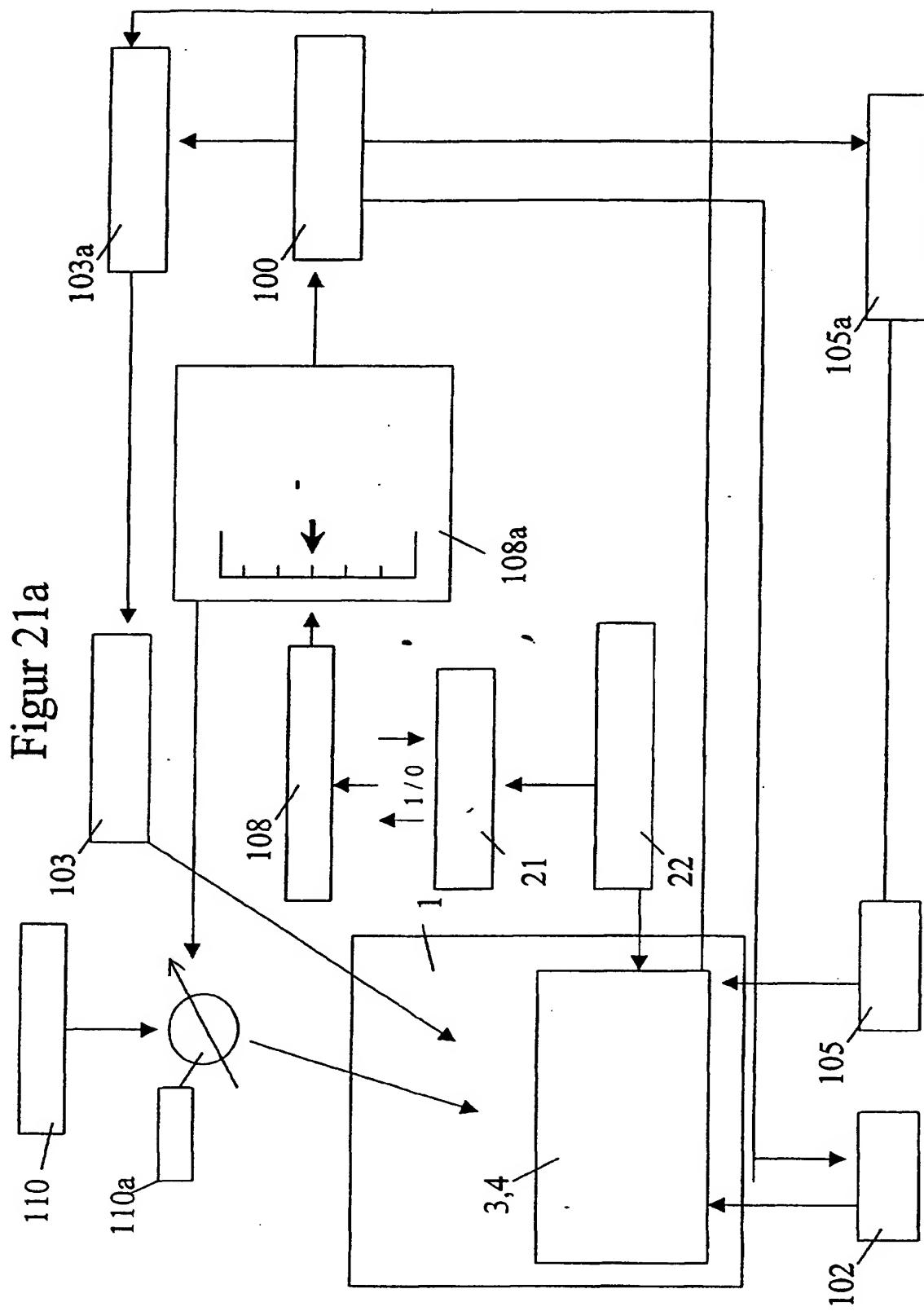


Fig. 21



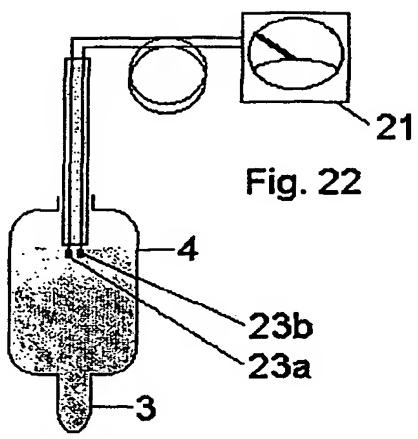


Fig. 22

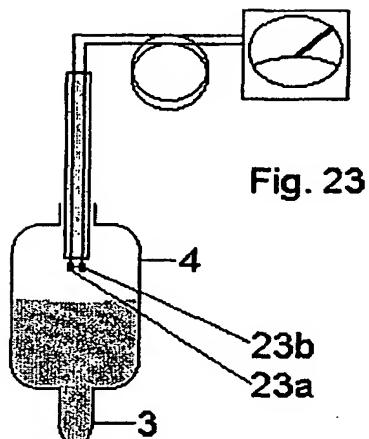


Fig. 23

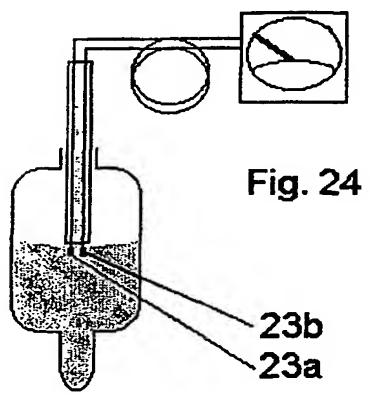


Fig. 24

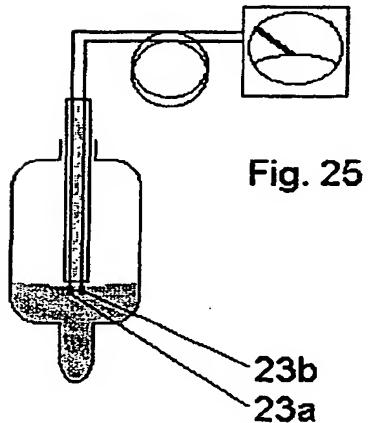


Fig. 25

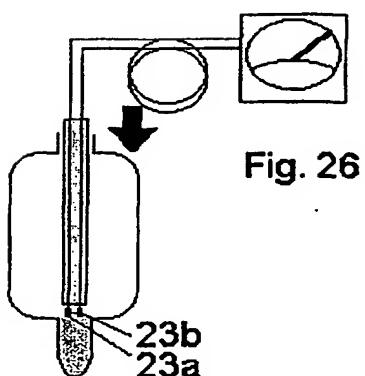
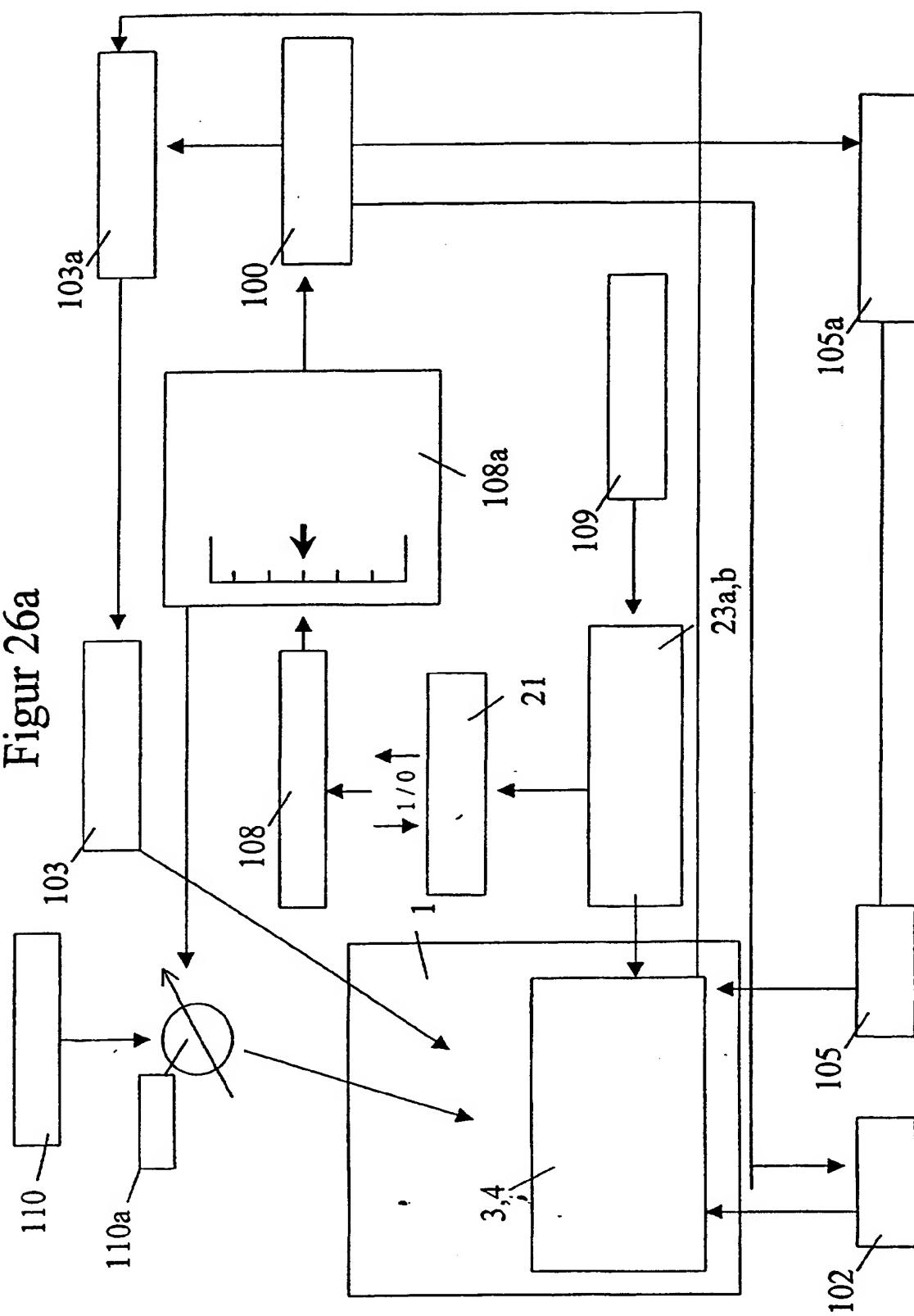


Fig. 26

Figur 26a



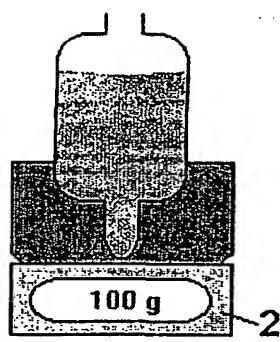


Fig. 27

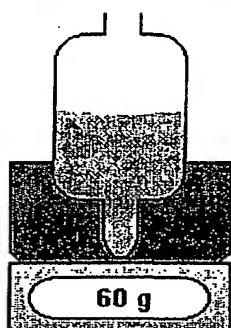


Fig. 28

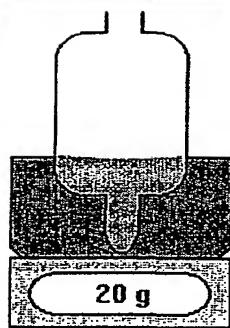


Fig. 29

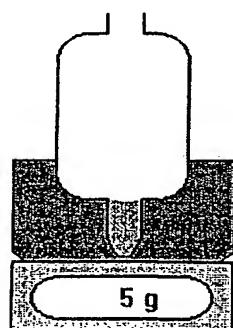
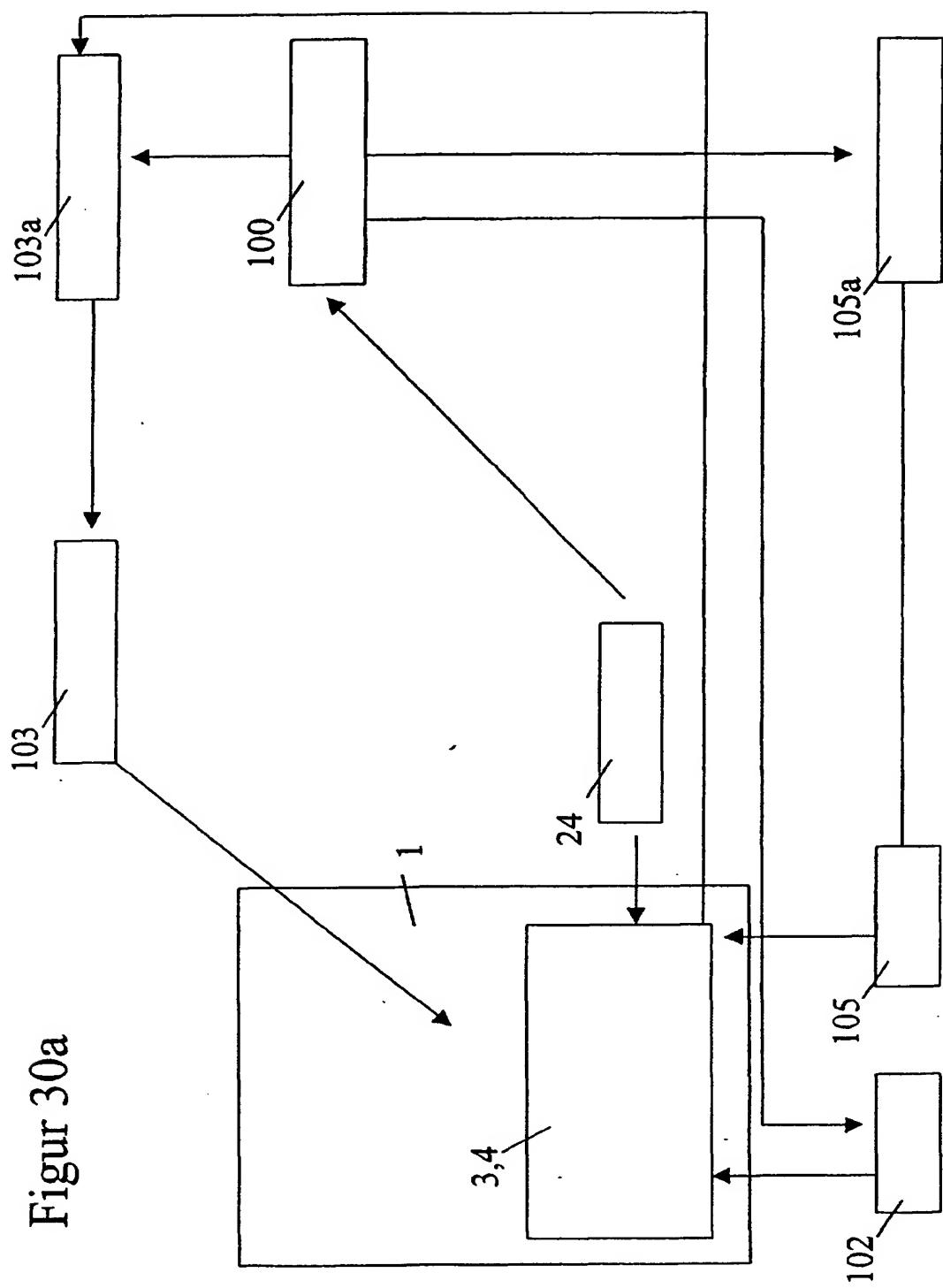


Fig. 30



Figur 30a

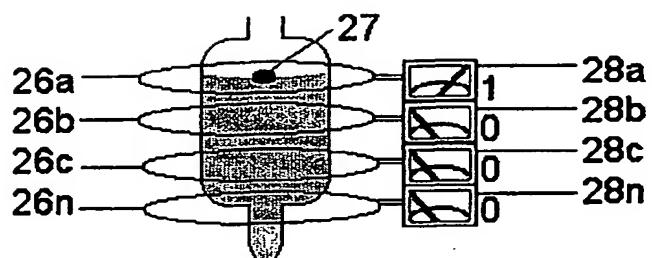


Fig. 31

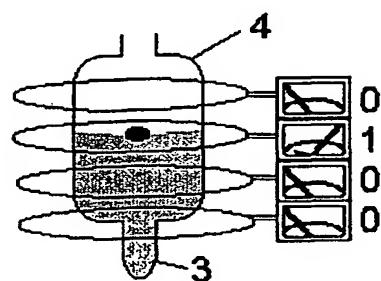


Fig. 32

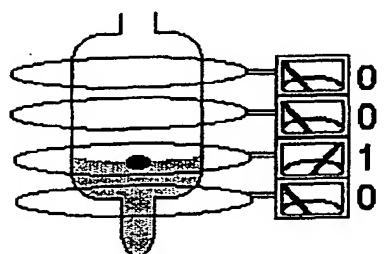


Fig. 33

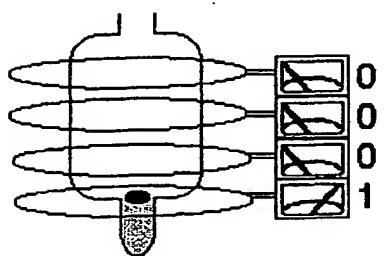
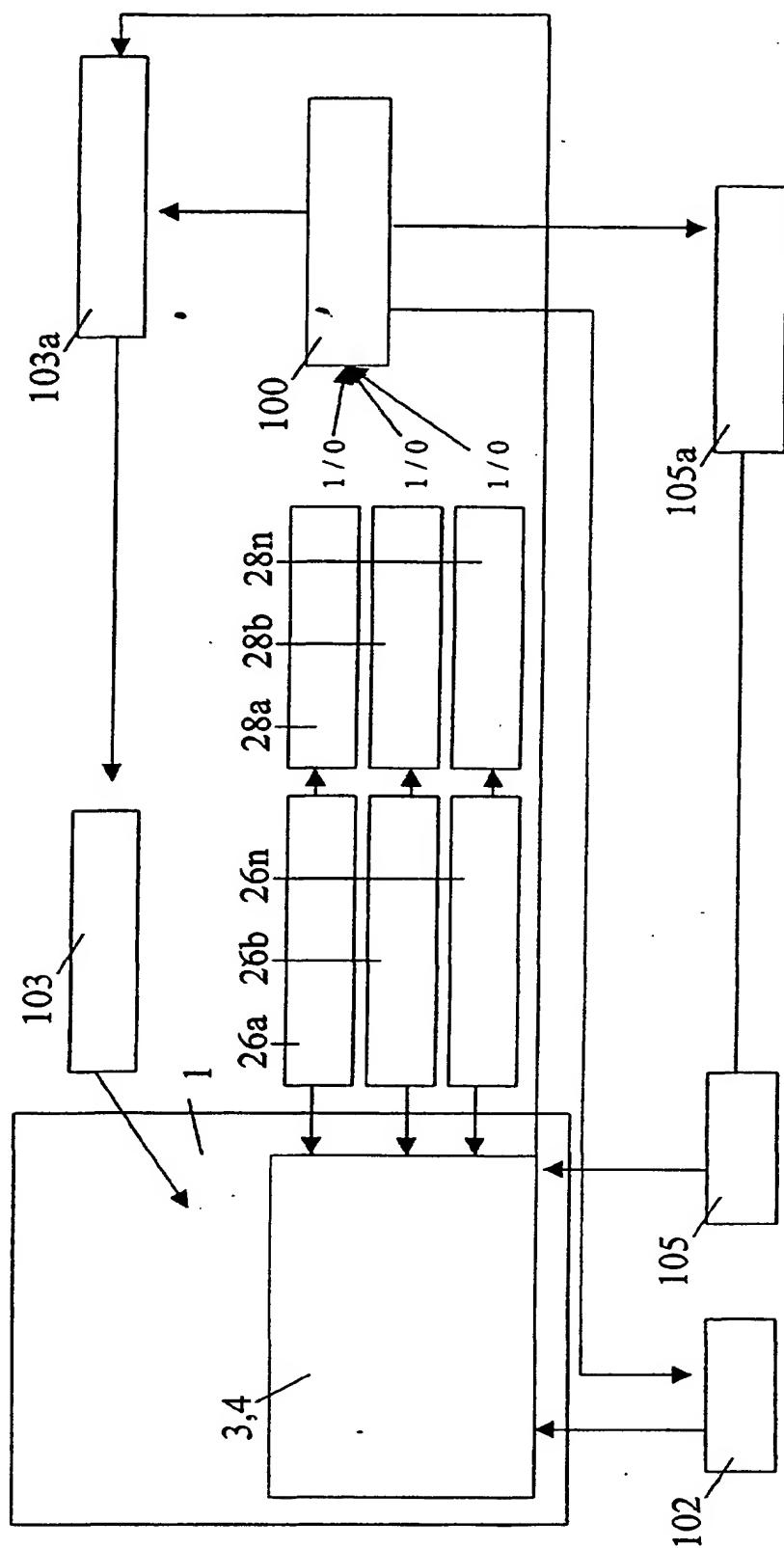


Fig. 34

Figur 34a



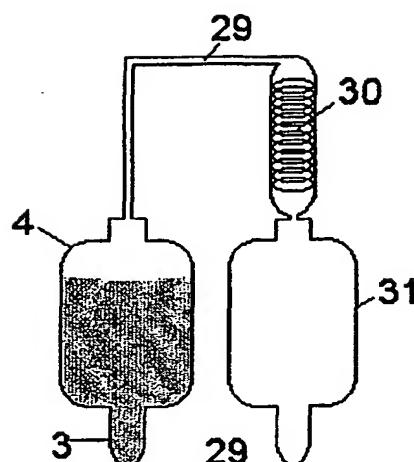


Fig. 35

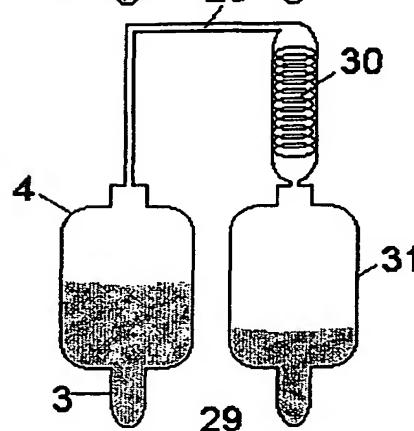


Fig. 36

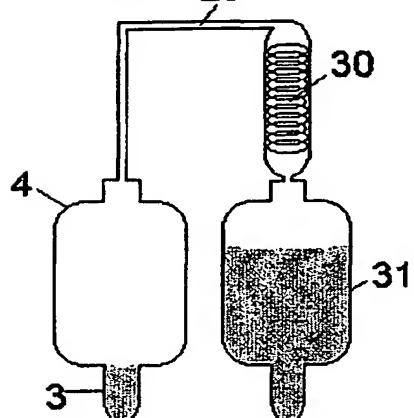


Fig. 37